



---

TESIS - SF 142502

**KARAKTERISASI PEMBENTUKAN KOMPOSIT KATODA LFP/C  
MENGUNAKAN METODE *SOLID-STATE REACTION* DENGAN  
VARIASI TEMPERATUR KALSINASI PADA KONDISI GAS INERT**

Metatia Intan Mauliana  
1113201015

DOSEN PEMBIMBING  
Dr. M. Zainuri, M.Si.

PROGRAM MAGISTER  
BIDANG KEAHLIAN MATERIAL  
JURUSAN FISIKA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2015



---

**THESIS - SF 142502**

**CHARACTERIZATION OF CARBON COMPOSITE LFP/C  
BY SOLID-STATE REACTION METHODS IN VARIOUS  
TEMPERATURE CALCINATION IN INERT CONDITION**

Metatia Intan Mauliana  
1113201015

Supervisor  
Dr. M. Zainuri, M.Si.

MAGISTER PROGRAMME  
PHYSICS OF MATERIALS  
DEPARTMENT OF PHYSICS  
FACULTY OF MATHEMATIC AND NATURAL SCIENCES  
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY  
SURABAYA  
2015

**Tesis ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar  
Magister Sains (M.Si)**

**di**

**Institut Teknologi Sepuluh Nopember**

**Oleh:**

**Metatia Intan Mauliana**

**NRP. 1113201015**

**Tanggal Ujian : 02 Juli 2015**

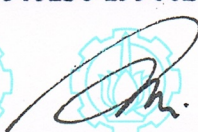
**Periode Wisuda : September 2015**

**Disetujui Oleh :**

  
**1. Dr. M. Zainuri, M.Si.**

**NIP: 19640130 199002 1 001**

**(Pembimbing)**

  
**2. Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.**

**NIP: 19660224 199002 1 001**

**(Penguji)**

  
**3. Dr. Mashuri, M.Si.**

**NIP: 19691216 199402 1 001**

**(Penguji)**

  
**Direktur Program Pascasarjana,**

**Prof. Dr. Ir. Adi Soeprijanto, MT.**

**NIP. 19640405 199002 1 001**

**KARAKTERISASI PEMBENTUKAN KOMPOSIT KATODA  
LFP/C MENGGUNAKAN METODE *SOLID-STATE REACTION*  
DENGAN VARIASI TEMPERATUR KALSINASI PADA  
KONDISI GAS INERT**

Nama : Metatia Intan Mauliana  
NRP : 1113 201 015  
Pembimbing : Dr. M. Zainuri, M.Si

**ABSTRAK**

Material katoda *lithium ferro phospat carbon composite* (LFP/C) telah berhasil disintesis menggunakan metode *solid-state reaction* dengan memanfaatkan salah satu sumber alam batuan besi Tanah Laut Kalimantan sebagai sumber bahan dasar Fe. Metode *solid state reaction* dilakukan dengan menggunakan alat *high energy ball milling*. Material katoda LFP dibuat dengan menggunakan bahan dasar ( $\text{Li}_2\text{CO}_3$ ),  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , dan  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  dengan perbandingan 3:6:2 serta ditambahkan asam sitrat 5%wt sebagai sumber karbon. Pada penelitian ini digunakan variasi temperatur kalsinasi pada 400°C, 500°C, 600°C, dan 700°C untuk mengetahui pengaruh pada struktur fasa yang terbentuk, konduktivitas listrik, dan performa baterai komposit katoda LFP/C. Analisis pola difraksi sampel menunjukkan komposisi terbesar LFP dengan struktur *olivine* terbentuk pada temperatur 700°C sebesar 93.3 %wt dengan impuritas  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sebesar 6.7 %wt. Selain *hematite*, impuritas yang muncul pada temperatur lain adalah *monoclinic*  $\text{Li}_2\text{FeP}_2\text{O}_7$ , akan tetapi fasa-fasa impuritas tersebut berkurang seiring dengan bertambahnya temperatur kalsinasi. Identifikasi ukuran partikel rerata dan konduktivitas sampel menggunakan PSA dan EIS menunjukkan bahwa sampel dengan temperatur kalsinasi 500°C memiliki ukuran rerata terkecil berkisar 236.5 nm dan konduktivitas tertinggi sebesar  $5.676 \times 10^{-3} \text{ S.cm}^{-1}$ . Performa baterai terbaik juga dimiliki sampel yang sama dengan nilai kapasitas spesifik rerata dari tiga siklus sebesar 31.019 mAh/g. Puncak redox sampel 500°C dari hasil pengujian Cyclic Voltammetry (CV) didapatkan pada 3.49 V sebagai puncak oksidasi dan 3.24 V sebagai puncak reduksi, dengan selisih tegangan 0.25V pada *scan rate* tegangan  $100 \mu\text{V.s}^{-1}$ .

**Kata kunci:** komposit katoda LFP/C, *solid-state reaction*, batuan alam,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , variasi temperatur, inert gas



# CHARACTERIZATION OF CARBON COMPOSITE LFP/C BY SOLID-STATE REACTION METHODS IN VARIOUS TEMPERATURE CALCINATION IN INERT CONDITION

Name : Metatia Intan Mauliana  
Registration Number : 1113 201 015  
Adviser : Dr. M. Zainuri, M.Si

## ABSTRACT

*A carbon composite cathode material LFP/C has been synthesized by a simple solid-state reaction method with utilizing one of the natural sources of iron stone at Tanah Laut Kalimantan as Fe source. The solid-state reaction method was conducted by milling process. A LFP/C cathode material used raw materials  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , and  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  with ratio 3:6:2 mole comparison and 5%wt citric acid as carbon source. The precursor of lithium iron phosphate has been calcinations in various temperature. The calcination temperature was varied at 400°C, 500°C, 600°C, and 700°C to determine the phase transformation, effect on the electrical conductivity, and performance of LFP/C. Based on diffraction analysis of sample obtain high composition of olivine LFP reached at temperature 700°C with 93.3%wt and 6.7%wt impurities of  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . The others temperature was formed monoclinic  $\text{Li}_2\text{FeP}_2\text{O}_7$  as impurities but  $\text{Li}_2\text{FeP}_2\text{O}_7$  and hematite phase gradually decreased in higher temperature. Identification particle size and conductivity properties using PSA and EIS show that the sample calcined at 500°C has the smallest average particle size around 236.5 nm and highest conductivity at  $5.676 \times 10^{-3} \text{ S.cm}^{-1}$ . The highest performance batteries was reached by the same sample with specific capacity average 31.019 mAh/g in 25 $\mu\text{A}$  discharge current applied. The redox peak of sample calcined at 500°C investigate by Cyclic Voltammetry (CV), there was a cathodic intensity peak at 3.49 V and anodic at 3.24 V with potential difference 0.25V at 100  $\mu\text{V.s}^{-1}$  scan rate voltage applied.*

**Keywords:** composite cathode LFP/C, solid-state reaction, natural sources,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , temperature variation, inert gas

## **KATA PENGANTAR**

Puji syukur penulis panjatkan atas kehadiran Allah SWT karena berkat rahmat, taufik dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan Tesis sebagai syarat wajib untuk memperoleh gelas Magister Sains (M.Si) di jurusan Fisika FMIPA ITS Surabaya dengan judul:

### **KARAKTERISASI PEMBENTUKAN KOMPOSIT KATODA LFP/C MENGUNAKAN METODE *SOLID-STATE REACTION* DENGAN VARIASI TEMPERATUR KALSINASI PADA KONDISI GAS INERT**

Penulis menyadari bahwa terselesaikannya penyusunan Tesis ini tidak lepas dari bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, maka pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Bapak Dr. M. Zainuri, selaku dosen pembimbing tesis yang senantiasa memberikan bimbingan, wawasan dan motivasi, sehingga penulis dapat menyelesaikan tesis ini.
2. Bapak Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D. dan Bapak Dr. Mashuri selaku dosen penguji. Terimakasih banyak atas saran, kritik, masukan, dan arahan sehingga dapat memperluas wawasan penulis.
3. Dr. Yono Hadi Pramono, selaku Ketua Jurusan Fisika FMIPA ITS yang telah memberikan kemudahan sarana kepada penulis selama melaksanakan perkuliahan sampai dengan terselesaikannya tesis ini.
4. Bapak Dr. Joko Triwibowo, yang memberikan arahan dan bimbingan selama riset di LIPI.
5. Seluruh Staff Pengajar di Jurusan Fisika FMIPA ITS, terimakasih atas ilmu pegetahuan dan motivasi yang telah diberikan.
6. Keluargaku (Ibu Hermawati, Bapak Djumarto, dan Adikku Yuni Wulandari) serta patnerku Arista D.P., terimakasih atas doa restu, dukungan, motivasi, dan semangat yang terus diberikan kepada penulis selama ini.
7. Teman seperjuangan mahasiswa fisika angkatan 2013: Musyarofah, Nuraini Fauziyah, Umi Nuraini, Zuffa dan Rizqa.

8. Dikti yang telah memberikan beasiswa kepada penulis selama studi di Fisika FMIPA ITS.
9. Segenap pihak yang berkontribusi dalam penyelesaian tesis ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari sepenuhnya atas keterbatasan ilmu pengetahuan dan kemampuan yang dimiliki. Oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun demi kesempurnaan penulisan tesis ini. Semoga penelitian ini dapat memberikan inspirasi bagi pembaca dan bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan lebih lanjut.

Surabaya, Juli 2015

Penulis

## DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
ABSTRAK.....	iii
KATA PENGANTAR .....	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR GAMBAR .....	ix
DAFTAR TABEL .....	xi
DAFTAR LAMPIRAN .....	xi

### BAB 1 PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Perumusan Masalah .....	4
1.3 Tujuan Penelitian .....	4
1.4 Batasan Masalah .....	4
1.5 Manfaat Penelitian .....	4

### BAB 2 KAJIAN PUSTAKA

2.1 Baterai Ion Lhitium.....	6
2.2 Katoda Baterai Ion Lithium .....	14
2.3 <i>Lhitium Iron Phosphate</i> (LFP).....	16
2.4 Metode <i>Solid-state</i> .....	18

### BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Persiapan Alat dan Bahan .....	21
3.2 Prosedur Penelitian .....	21
3.2.1 Ekstraksi Prekursor $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	21
3.2.2 Sintesis Komposit $\text{LiFePO}_4/\text{C}$ .....	22
3.3 Karakterisasi Bahan Uji .....	17



3.3.1 Difraktometer Sinar-X (XRD) .....	23
3.3.2 Analisis <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	25
3.3.3 Analisis <i>Particle Size Analyzer</i> (PSA) .....	26
3.3.4 Analisis Konduktifitas dengan EIS .....	27
3.3.5 Analisis Peforma baterai.....	31
3.4 Diagram Alir Penelitian .....	34
3.4.1 Sintesis Komposit LiFePO <sub>4</sub> /C .....	34
 <b>BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
4.1 Analisis Pemurnian Batuan Besi Tanah Laut Kalimantan.....	35
4.2 Karakterisasi Komposit LFP/C .....	37
4.2.1 Identifikasi Perlakuan Panas pada Prekursor LFP/C .....	37
4.2.2 Analisis Struktur Komposit LFP/C dengan Difraksi sinar-X...	39
4.2.3 Analisis Distribusi Ukuran Partikel dengan PSA.....	41
4.2.4 Analisis Bentuk Morfologi Partikel dengan SEM-EDX .....	43
4.3 Hasil Pengujian EIS pada Material Komposit LFP/C .....	46
4.4 Performa Baterai Komposit Katoda LFP/C berdasarkan Temperatur Kalsinasi .....	49
4.4.1 Analisis <i>Charge-Discharge</i> (CD) .....	50
4.4.2 Analisis Cyclic Voltametry (CV).....	54
4.5 Pembahasan .....	57
 <b>BAB 5 KESIMPULAN</b>	
5.1 Kesimpulan .....	60
5.2 Saran .....	60
 <b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	61
<b>LAMPIRAN</b> .....	64
<b>BIOGRAFI PENULIS</b> .....	82

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 2.1</b>	Standar potensial material elektroda pada temperatur 25°C .....	9
<b>Tabel 2.2</b>	Kelebihan dan kekurangan Struktur <i>olivine</i> dan NASICON pada material katoda LFP .....	17
<b>Tabel 4.1</b>	Hasil <i>X-ray fluorescence</i> (XRF) dari serbuk batu Tanah Laut Kalimantan .....	36
<b>Tabel 4.2</b>	Analisis PDXL terhadap sampel komposit LFP/C pada temperatur 400 °C, 500°C, 600°C dan 700°C .....	39
<b>Tabel 4.3</b>	Standar deviasi dan <i>Z-average</i> sampel komposit LFP/C pada temperatur 400 °C, 500°C, 600°C dan 700°C .....	41
<b>Tabel 4.4</b>	Hasil spektrum komposisi unsur-unsur pada sample komposit LFP/C pada temperatur 500°C dan 700°C .....	44
<b>Tabel 4.5</b>	Grafik nilai konduktivitas material komposit LFP/C dengan variasi temperatur kalsinasi .....	46
<b>Tabel 4.6</b>	Hasil kapasitas spesifik sampel komposit LFP/C dengan variasi temperatur 400 °C, 500°C, 600°C dan 700°C .....	48
<b>Tabel 4.7</b>	Hasil pengujian CV sampel komposit LFP/C dengan variasi temperatur 400 °C, 500°C, 600°C dan 700°C .....	50

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 2.1</b>	Perbandingan <i>gravimetric power</i> dan <i>energy densities</i> untuk berbagai jenis sistem <i>rechargeable battery</i> .....	6
<b>Gambar 2.2</b>	Mekanisme (a) proses <i>charging</i> (b) proses <i>discharging</i> pada sel baterai ion lithium. ....	8
<b>Gambar 2.3</b>	Kurva <i>Discharge</i> sel baterai (a)&(b) merupakan kurva $V$ vs. $t$ pada $I$ tertentu yang menunjukkan polarisasi pada (a) <i>insertion reaction</i> pada sebuah <i>solid state solution</i> , (b) reaksi dengan dua fasa, (c) pengaruh polarisasi pada profil I-V sel baterai .....	12
<b>Gambar 2.4</b>	Katoda material dengan penyisipan ion Li interstitial 1D, 2D, 1D pada struktur (a) <i>spinel</i> , (b) <i>lamellar</i> , dan (c) <i>olivine</i> .....	16
<b>Gambar 2.5</b>	Ilustrasi pergerakan bola dan serbuk dalam ball mill.....	19
<b>Gambar 3.1</b>	Peralatan XRD di Riset Center ITS (a) alat XRD dan (b) prinsip kerja alat XRD.....	25
<b>Gambar 3.2</b>	Peralatan SEM di laboratorium COE ( <i>Center Of Energy</i> ) gedung robotika ITS Surabaya.....	25
<b>Gambar 3.3</b>	Peralatan pengujian PSA ( <i>Particle Size Analyzer</i> ) di laboratorium zat padat fisika, ITS Surabaya.....	27
<b>Gambar 3.4</b>	(a) skematik setup pengukuran EIS dan (b) alat pengujian EIS .....	28
<b>Gambar 3.5</b>	Profil kurva hasil pengukuran impedansi komponen sel baterai ...	29
<b>Gambar 3.6</b>	(a) grid dan botol tempat <i>salary</i> , (b) proses kompaksi, dan (c) preparasi aktif material, separator, serta elektrolit untuk membentuk sel baterai .....	30
<b>Gambar 3.7</b>	Profil tegangan yang harus dipenuhi selama pengisian ulang sel baterai lithium.....	31
<b>Gambar 3.8</b>	Potensial signal segitiga berulang pada $0.1 \text{ mV.s}^{-1}$ dengan tegangan cut off 2.3 – 4.0 V vs $\text{Li/Li}^+$ ... ..	32
<b>Gambar 3.9</b>	Diagram CV dari LFP dengan scan rate $0.1 \text{ mV.s}^{-1}$ dan tegangan cut off 2.3 – 4.0 V vs $\text{Li/Li}^+$ .....	33

<b>Gambar 3.10</b>	Diagram alir sintesis prekursor komposit <i>lithium ferro phosphate</i> (LFP/C).....	34
<b>Gambar 4.1</b>	Hasil serbuk batu Tanah Laut Kalimantan sebelum dan setelah pencucian menggunakan <i>Ultrasonic Cleaner</i> .....	35
<b>Gambar 4.2</b>	Hasil grafik XRD dari serbuk batu Tanah Laut Kalimantan setelah diekstraksi.....	36
<b>Gambar 4.3</b>	Hasil grafik XRD material komposit LFP/C menggunakan metode <i>solid state</i> pada temperatur 400 °C, 500°C, 600°C dan 700°C .....	38
<b>Gambar 4.4</b>	Distribusi ukuran partikel material komposit LFP/C yang telah dikalsinasi pada temperatur (a) 400 °C, (b) 500°C, (c) 600°C dan (d) 700°C ... ..	40
<b>Gambar 4.5</b>	Morfologi partikel material komposit LFP/C (a) tanpa karbon aktif (b) dengan karbon aktif (asam sitrat) dengan temperatur kalsinasi 500°C.....	42
<b>Gambar 4.6</b>	Hasil <i>mapping</i> partikel material komposit LFP/C (a) Pada temperatur kalsinasi 500°C (b) pada temperatur kalsinasi 700°C.....	43
<b>Gambar 4.7</b>	Kurva nilai impedansi keseluruhan material komposit LFP/C dengan variasi temperatur kalsinasi pada 400 °C, 500°C, 600°C dan 700°C ... ..	45
<b>Gambar 4.8</b>	Grafik hasil <i>Charge/discharge</i> pada material komposit LFP/C dengan variasi temperatur kalsinasi pada 400 °C .....	47
<b>Gambar 4.9</b>	Grafik CV material komposit LFP/C pada temperatur kalsinasi 500°C (a) terhadap tegangan (b) terhadap waktu .....	49

## DAFTAR LAMPIRAN

### Lampiran A

- A. Hasil *X-ray Fluorence* (XRF) Serbuk batu besi Tanah Laut Kalimantan ..... 60
- B. Hasil Refinement dari *X-ray Diffractometer* (XRD) dari serbuk batu besi Tanah Laut Kalimantan yang telah di ekstraksi..... 60

**Lampiran B** Hasil Refinement dari *X-ray Diffractometer* (XRD) dari Material Komposit LFP/C pada Tiap Variasi Temperatur Kalsinasi ..... 62

**Lampiran C** Hasil Pengujian *Particle Size Analyzer* (PSA) ..... 67

**Lampiran D** Hasil Pengujian Performa Baterai Material LFP/C ..... 69

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Teknologi peralatan elektronik, seperti laptop, alat komunikasi portable, bahkan kendaraan berbasis listrik sedang gencar dikembangkan di negara-negara berkembang termasuk Indonesia. Hal ini menyebabkan perlunya peralatan penyimpan energi listrik (baterai) yang efisien, ramah lingkungan, berkapasitas tinggi, ekonomis, dan terutama berasal dari bahan baku yang mudah diperoleh. Salah satu jenis baterai yang efisien adalah baterai sekunder. Di antara jenis-jenis baterai sekunder yang beredar di pasaran, yang paling menonjol adalah jenis baterai Li-ion.

Selain baterai Li-ion terdapat bermacam-macam alat penyimpanan energi (*energy storage system*), seperti *fuel cell* dan *supercapacitors*. *Supercapacitors* memiliki *power density* lebih tinggi ( $\sim 10000 \text{ kg}^{-1}$ ) dibandingkan dengan baterai ( $1000\text{-}3000 \text{ W.kg}^{-1}$ ) dan dapat menahan *charge-discharge* dengan arus tinggi dalam beberapa menit sementara baterai (terutama baterai Li-ion) membutuhkan beberapa menit bahkan setengah jam untuk mengisi. Meskipun demikian baterai Li-ion telah mengklaim sebagian besar pasar konsumen elektronik karena mampu memberikan kepadatan energi yang tinggi dan tegangan kerja yang lebih tinggi dibandingkan dengan *supercapacitors*. Selain itu, baterai ion lithium memiliki kelebihan-kelebihan yang dapat diandalkan seperti, *lifecycle* panjang (500-1000 siklus), beda potensial tinggi, dan kapasitas spesifik lebih tinggi dibandingkan dengan baterai sekunder yang lain. Oleh karena itu, baterai ion lithium banyak digunakan sebagai sumber energi untuk peralatan elektronik *portable* dan dapat digunakan pada mobil listrik (Chew, 2008).

Indonesia mulai mengembangkan material baterai terutama untuk mobil listrik nasional yang terealisasi pada tahun 2013 lalu. Namun, realisasi pembuatan mobil listrik tidak dapat dikatakan sepenuhnya berhasil dikarenakan salah satu komponen terpenting pada mobil listrik yaitu material baterai masih didatangkan dari luar negeri. Oleh karena itu Pemerintah Indonesia berusaha memperbaiki

kekurangan tersebut dengan mencanangkan penelitian pembuatan material baterai terutama untuk jenis baterai ion lithium.

Secara umum, baterai ion lithium terdiri dari tiga komponen utama yaitu elektrolit, anoda dan katoda. Material elektrolit yang digunakan antara lain adalah *lithium hexafluorophosphat* ( $\text{LiPF}_6$ ). Material elektrolit tersebut berfungsi sebagai media transfer ion. Sementara, untuk material anoda digunakan lithium metal. Komponen yang terakhir adalah katoda, material tersebut harus memenuhi spesifikasi antara lain, memiliki kapasitas spesifik yang tinggi, bersifat ionik konduktif dan elektronik konduktif serta memiliki profil tegangan yang rata. Hal ini berkaitan dengan peristiwa menerima dan melepas elektron pada proses elektrokimia, sehingga diperlukan material katoda dengan konduktivitas listrik yang tinggi.

Beberapa material katoda pada baterai ion litium yang telah disintesis yaitu *lithium mangan oxide* ( $\text{LiMn}_2\text{O}_4$ ) (Chew, 2008), *lithium cobalt oxide* ( $\text{LiCoO}_2$ ) (Ritchie, 2001) dan *lithium ferro phosphat* (LFP) (Hamid, 2013). Dari ketiga material katoda, yang gencar dikembangkan saat ini LFP yang memiliki kelebihan pada biaya pembuatan lebih murah, bahan dasar Fe yang berlimpah di alam, tidak beracun, kapasitas sedang (170 mAh/g), memiliki tegangan *flat* 3.45 vs  $\text{Li/Li}^+$  dan ramah lingkungan. Namun, material LFP memiliki beberapa kelemahan yaitu konduktivitas listrik rendah ( $10^{-9}$  S/cm) dan difusi ion lithium yang lamban. Kelemahan tersebut membatasi aplikasi LFP sebagai material katoda, khususnya pada temperatur rendah dan densitas arus yang tinggi (Padhi, 2002). Kelemahan tersebut dapat diatasi dengan mereduksi ukuran partikel, *coating* karbon, atau doping dengan supervalen kation ( $\text{Nb}^{5+}$ ,  $\text{Ti}^{4+}$ ,  $\text{W}^{6+}$ ).

Berbagai metode mulai dikembangkan mulai dari metode kopresipitasi (Zhu, 2013), *solid state* (Liu, 2010), *sol-gel* (Choi, 2007), *microwave heating* (Zhou, 2009), *carbothermal reduction* (Kong, 2012), *spray pyrolysis* (Hamid, 2012) dan lain-lain. Pada keseluruhan metode tersebut, bahan-bahan dasar yang dipakai masih merupakan bahan *proanalisis* yang relatif mahal. Oleh karena itu, pada penelitian ini mencoba untuk memanfaatkan bahan alam sebagai bahan dasar pembuatan katoda. Bahan alam yang digunakan adalah batuan besi Tanah Laut Kalimantan dengan kandungan senyawa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  tinggi.  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang



diperoleh selanjutnya digunakan sebagai sumber prekursor Fe pada sintesis pembuatan material katoda LFP. Penggunaan bahan alam pada salah satu bahan dasar baterai tentu dapat mengurangi harga dari material baterai Li-ion yang masih tergolong mahal.

Pada penelitian ini digunakan metode *solid state reaction*. Metode *solid state reaction* memiliki keunggulan pada proses yang sederhana, ekonomis dan mudah untuk dilakukan dalam skala industri. Metode ini merupakan metode pencampuran padatan tanpa menggunakan medium pelarut. Sintesis *solid state reaction* untuk serbuk LFP dimulai dengan pencampuran dari tiap-tiap prekursor dengan menggunakan ball milling. Sebagai contoh pada penelitian (Li dkk, 2005) mampu menghasilkan serbuk LFP dengan kapasitas listrik sebesar 111 mAh/g dengan menggunakan pencampuran *solid state reaction method*, kemudian dikalsinasi pada temperatur 700°C selama 10 jam dalam lingkungan atmosfer nitrogen (N<sub>2</sub>).

Bahan dasar yang digunakan pada pembentukan fasa material LFP terdiri dari Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> sebagai sumber ion Li, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebagai sumber ion Fe yang didapat dari pemurnian batuan besi Tanah Laut Kalimantan dan (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> sebagai sumber ion PO<sub>4</sub>, dan asam sitrat sebagai sumber karbon untuk meningkatkan konduktivitas material. Proses kalsinasi material katoda dilakukan dalam lingkungan atmosfer nitrogen (N<sub>2</sub>) dengan diberikan variasi pada temperatur kalsinasi. Karakterisasi yang digunakan dalam penelitian ini yaitu *X-Ray Diffraction* (XRD), *Particle Size Analyzer* (PSA), *Scanning Electron Microscopy - Energi Dispersive X-ray Spectroscopy* (SEM-EDX), *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS), dan uji performa baterai yang terdiri dari uji *charge-discharge* (CD) serta uji *Cyclic Voltametri* (CV).

## 1.2 Rumusan Permasalahan

Penelitian ini memiliki rumusan masalah yang mengkaji pengaruh variasi temperatur kalsinasi terhadap material komposit katoda LFP/C. Permasalahan yang diangkat pada penelitian ada beberapa hal pertama, yaitu mendapatkan material LFP dengan metode *solid state reaction*, kedua mengidentifikasi struktur *olivine* yang terbentuk akibat pengaruh variasi temperatur kalsinasi, dan ketiga mengidentifikasi sifat kelistrikan dan performa baterai yang dihasilkan material komposit katoda LFP/C.

## 1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah bahan dasar pembentuk LFP berupa  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  sebagai sumber ion Li,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sebagai sumber ion Fe, dan  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  sebagai sumber ion *phosphate*. Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah *solid state* dengan menggunakan alat *High Energy Ball Milling*. Pada penelitian dilakukan variasi temperatur kalsinasi yaitu 400°C, 500°C, 600°C dan 700°C pada prekursor komposit LFP dalam lingkungan atmosfer nitrogen ( $\text{N}_2$ ) dengan waktu penahanan selama 10 jam.

## 1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Membentuk material katoda *lithium ferro phosphate* komposit karbon (LFP/C) melalui mekanisme *solid state reaction*.
2. Mengidentifikasi struktur *olivine* pada katoda *lithium ferro phosphate* (LFP) berdasarkan pengaruh temperatur kalsinasi.
3. Mengidentifikasi sifat kelistrikan dan performa baterai berdasarkan variasi temperatur kalsinasi pada komposit katoda LFP /C.

## 1.5 Manfaat penelitian

Manfaat yang dapat diberikan melalui pembuatan tesis ini, yaitu memberikan informasi mengenai pengaruh temperatur kalsinasi terhadap morfologi, fasa dan sifat kelistrikan serta performa baterai pada komposit katoda LFP/C yang dihasilkan. Selanjutnya, memunculkan inovasi baru terutama pada

jenis bahan baku yang berasal dari batuan alam Tanah Laut Kalimantan sebagai bahan dasar sumber Fe pada sintesis pembuatan material LFP/C. Selain itu, diharapkan ke depannya dapat menunjang teknologi dan rujukan penelitian-penelitian selanjutnya.

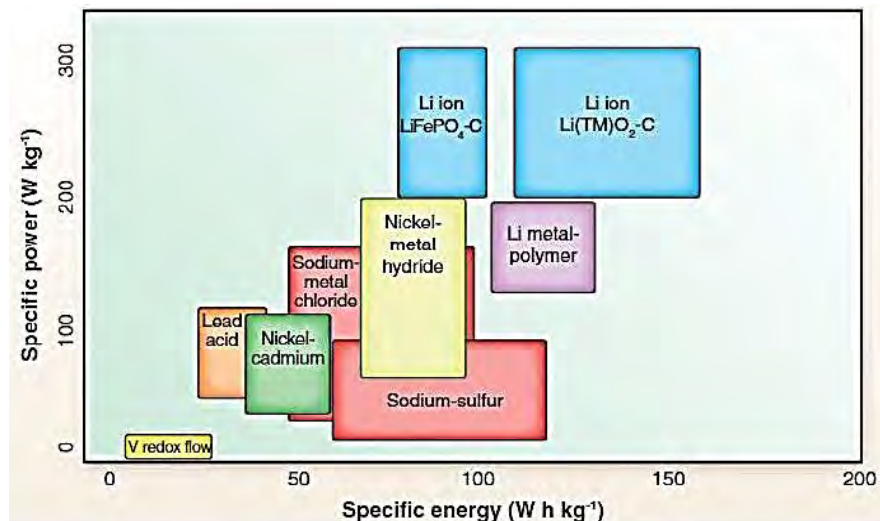
*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1. Baterai Ion Lithium

Baterai dibagi menjadi dua kelompok utama yaitu baterai primer (*primary battery*) dan baterai sekunder (*secondary battery*). Baterai primer adalah baterai yang dapat digunakan sekali saja sampai energi yang ada di dalamnya habis digunakan. Sedangkan baterai sekunder merupakan penyimpan energi listrik yang dapat diisi ulang setelah digunakan. Pada baterai ion litium, ion litium bergerak dari elektroda negatif ke elektroda positif saat dilepaskan, dan kembali saat diisi ulang. Baterai Li-ion memiliki bahan paling ringan dan memiliki potensial elektrokimia yang paling tinggi dibandingkan dengan logam lainnya. Baterai berbasis lithium cukup menjanjikan karena memiliki densitas tinggi, beda tegangan tinggi, *life time* lama, *no memory effect*, ramah lingkungan, *specific energi*, kepadatan energi tinggi, dan *power density* yang tinggi dibandingkan dengan jenis *rechargeable battery* yang lain, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1..

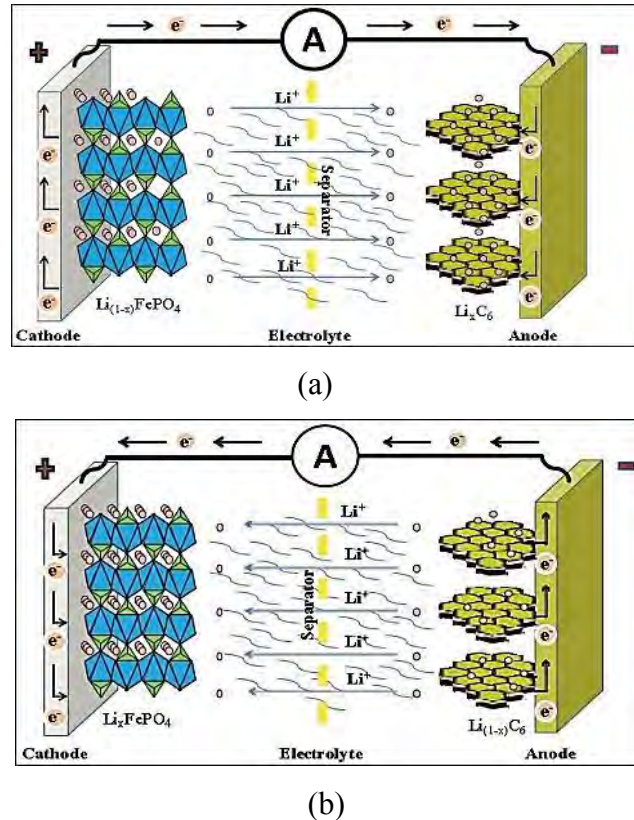


**Gambar 2.1** Perbandingan *gravimetric power* dan *energi densities* untuk berbagai jenis sistem *rechargeable battery* (Zhu, 2013)

Secara umum, komponen dasar suatu sel baterai tunggal terdiri dari tiga bagian, yaitu anoda, elektrolit, dan katoda. Anoda adalah elektroda negatif tempat terjadinya reaksi setengah sel, yaitu reaksi oksidasi yang berkaitan dengan pelepasan elektron ke dalam sirkuit eksternal. Sedangkan katoda adalah elektroda positif tempat terjadinya reaksi setengah sel lainnya, yaitu reaksi reduksi yang berkaitan dengan penerimaan elektron dari sirkuit eksternal. Oleh karena itu, pemilihan material katoda dan anoda baterai dengan kapasitas listrik yang besar sangat diperlukan untuk dapat menghasilkan sel baterai dengan power yang memadai (Triwibowo, 2011). Komponen elektrolit berfungsi sebagai material yang mampu menjadi penghubung reaksi yang memungkinkan terjadinya transfer ion antara anoda dan katoda. Karakteristik yang perlu dimiliki elektrolit adalah konduktivitas ionik tinggi dan sekaligus konduktivitas elektronik yang rendah sehingga mampu menghantarkan ion selama proses reaksi redoks yang terjadi antara elektroda positif dan elektroda negatif tanpa terjadi kebocoran arus elektron yang dapat mengakibatkan terjadinya hubungan pendek atau *short cut* (Linden and Reddy, 2002).

Pada baterai ion litium akan terjadi proses elektroimia yaitu perubahan energi kimia menjadi energi listrik melalui proses oksidasi-reduksi pada saat kondisi *charging* dan *discharging*. Proses pengisian atau *charging* merupakan peristiwa aliran elektron dari sumber tegangan mengalir dari katoda ke anoda. Elektron yang diberikan akan bergerak melalui rangkaian luar menuju anoda. Pada kondisi *charging* katoda akan menjadi lebih negatif dan anoda menjadi lebih positif sehingga kation akan bergerak menuju ke kutub negatif, sebaliknya anion akan bergerak ke kutub positif. Untuk kesetimbangan muatan, material katoda akan terionisasi menghasilkan ion lithium bermuatan positif ( $\text{Li}^+$ ) dan bermigrasi ke dalam elektrolit menuju komponen anoda. Ion lithium akan masuk ke dalam anoda melalui mekanisme interkalasi. Pada saat proses ini, baterai akan menyimpan energi kimia. Sedangkan pada proses *discharging* (pengosongan) akan terjadi aliran ion dan elektron dengan arah berlawanan dari proses *charging*. Pada saat pemakaian atau *discharging*, kondisi sebaliknya terjadi. Muatan listrik dalam bentuk elektron mengalir dari kutub anoda. Selanjutnya, untuk mengimbangi pergerakan ini, ion-ion lithium yang berasal dari kutub anoda

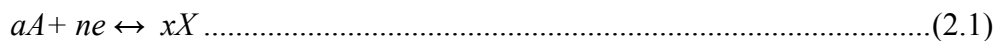
mengalir melalui elektrolit dan menembus pori-pori separator menuju kutub katoda. Kejadian ini terus menerus terjadi hingga seluruh muatan ion di katoda habis atau mengalami kesetimbangan muatan. Setelah baterai kosong atau habis, proses *charging* kembali dilakukan. Proses *charging-discharging* diilustrasikan pada Gambar 2.2.



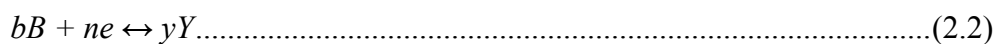
**Gambar 2.2** Mekanisme (a) proses *charging* (b) proses *discharging* pada sel baterai ion lithium (Topracki, 2010).

Proses *charge-discharge* akan diikuti proses elektrokimia. Persamaan dasar dari reaksi elektrokimia yang terjadi dalam sel ditunjukkan sebagai berikut.

Reaksi Reduksi



Reaksi Oksidasi





Total reaksi Redoks



Sehingga, besarnya perubahan energi bebas Gibbs yang dihasilkan dari reaksi redoks di atas adalah,

$$\Delta G^\circ = - n F E^\circ \dots\dots\dots(2.4)$$

dengan  $\Delta G$  merupakan perubahan energi bebas Gibbs dalam Joules,  $E^\circ$  adalah potensial elektron standar atau gaya elektromotif (EMF) dari reaksi sel atau umumnya merujuk pada nilai *open circuit voltage*,  $n$  adalah jumlah mol elektron yang ditransfer dalam satuan reaksi sel per mol reaksi, dan  $F$  adalah konstanta Faraday dalam satuan Coulomb per mol (besar muatan listrik per mol elektron). Berdasarkan perumusan di atas dapat diketahui bahwa ketika dalam keadaan setimbang, tidak terdapat aliran elektron. besar standart potensial  $E^\circ$  dari material elektroda dapat dilihat pada Tabel 2.1,

**Tabel 2.1** Standar potensial material elektroda pada temperatur 25°C (Buchman, 2001)

Electrode Reaction	$E^\circ, V$	Electrode Reaction	$E^\circ, V$
$Li^+ + e \leftrightarrow Li$	-3.01	$Tl^+ + e \leftrightarrow Tl$	-0.34
$Rb^+ + e \leftrightarrow Rb$	-2.98	$Co^{2+} + 2e \leftrightarrow Co$	-0.27
$Cs^+ + e \leftrightarrow Cs$	-2.92	$Ni^{2+} + 2e \leftrightarrow Ni$	-0.23
$K^+ + e \leftrightarrow K$	-2.92	$Sn^{2+} + 2e \leftrightarrow Sn$	-0.14
$Ba^{2+} + 2e \leftrightarrow Ba$	-2.92	$Pb^{2+} + 2e \leftrightarrow Pb$	-0.13
$Sr^{2+} + 2e \leftrightarrow Sr$	-2.92	$D^+ + e \leftrightarrow D$	-0.003
$Ca^{2+} + 2e \leftrightarrow Ca$	-2.92	$H^+ + e \leftrightarrow H$	0.000
$Na^+ + e \leftrightarrow Na$	-2.71	$Cu^{2+} + 2e \leftrightarrow Cu$	0.34
$Mg^{2+} + 2e \leftrightarrow Mg$	-2.38	$\frac{1}{2}O_2 + H_2O + 2e \leftrightarrow 2OH^-$	0.40
$Ti^+ + e \leftrightarrow Ti$	-1.75	$Cu^+ + e \leftrightarrow Cu$	0.52
$Be^{2+} + 2e \leftrightarrow Be$	-1.70	$Hg^{2+} + 2e \leftrightarrow Hg$	0.80
$Al^{3+} + 3e \leftrightarrow Al$	-1.66	$Ag^+ + e \leftrightarrow Ag$	0.80
$Mn^{2+} + 2e \leftrightarrow Mn$	-1.05	$Pd^{2+} + 2e \leftrightarrow Pd$	0.83
$Zn^{2+} + 2e \leftrightarrow Zn$	-0.76	$Ir^{3+} + 3e \leftrightarrow Ir$	1.00
$Ga^{3+} + 3e \leftrightarrow Ga$	-0.52	$Br_2 + 2e \leftrightarrow 2Br^-$	1.07
$Fe^{2+} + 2e \leftrightarrow Fe$	-0.44	$O_2 + 4H^+ + 4e \leftrightarrow 2H_2O$	1.23
$Cd^{2+} + 2e \leftrightarrow Cd$	-0.40	$Cl_2 + 2e \leftrightarrow 2Cl^-$	1.36
$In^{3+} + 3e \leftrightarrow In$	-0.34	$F_2 + 2e \leftrightarrow 2F^-$	2.87

Persamaan di atas adalah untuk kondisi dalam keadaan setimbang, ketika tidak ada arus listrik yang mengalir. Namun, apabila terdapat arus listrik yang mengalir maka besarnya potensial pada sistem sel baterai mengikuti persamaan *Nernst* sebagai berikut,

$$E = E^{\circ} + \frac{RT}{nF} \ln \frac{a_X^x a_Y^y}{a_A^a a_B^b} \dots\dots\dots(2.5)$$

dengan R adalah konstanta gas, T adalah suhu absolut,  $a_X^x a_Y^y$  adalah produk aktifitas dari produk hasil reaksi dan  $a_A^a a_B^b$  produk aktifitas dari reaktan. Pada keadaan tidak dalam kesetimbangan atau ketika baterai dalam keadaan *discharging* akan menghasilkan arus listrik dengan besaran yang mengikuti persamaan *Nernst* sebagai berikut,

$$I = nFAk \left[ \left( C_o \exp \frac{-\alpha nF E_C^o}{RT} \right) - \left( C_R \exp \frac{(1-\alpha)nF E_C^o}{RT} \right) \right] \dots\dots\dots(2.6)$$

dengan  $FAk$  merupakan perubahan kerapatan arus, dengan  $k$  adalah konstanta laju reaksi dari elektroda dan  $\alpha$  adalah koefisien transfer yang bersesuaian dengan fraksi dari perubahan overpotensial yang menyebabkan perubahan laju konstan dari reaksi *charge-transfer*. Pada persamaan 2.6 dapat dilihat pula bahwa besarnya arus listrik bergantung pada besarnya luas permukaan aktif A, temperatur T, konsentrasi material yang teroksidasi  $C_o$  dan konsentrasi material yang tereduksi  $C_R$ , dan standar potensial material elektroda  $E_C^o$  yaitu selisih potensial elektroda dan potensial gas hidrogen yang dianggap 0 volt. Pada baterai banyaknya material aktif dalam proses elektrokimia akan mempengaruhi besarnya kapasitas listrik suatu sel baterai.

Pengkonversian energi kimia menjadi energi listrik tidak dapat mencapai efisiensi 100%. Pada kondisi *discharging* baterai kehilangan energinya diakibatkan oleh proses polarisasi. Secara umum, efek kinetik yang menyebabkan terjadinya polarisasi diklasifikasikan dalam 3 bentuk, yaitu:

- a. Polarisasi aktifasi, merupakan polarisasi yang menyebabkan terjadinya proses elektrokimia redoks (*charge transfer*) pada daerah permukaan elektroda.
- b. Polarisasi ohmik, merupakan polarisasi yang diakibatkan adanya hambatan pada komponen individu sel dan hambatan akibat problem kontak antara komponen sel.
- c. Polarisasi konsentrasi, merupakan polarisasi akibat adanya perbedaan konsentrasi material yang bereaksi dan konsentrasi material hasil reaksi yang berada di bulk dan permukaan elektroda akibat dari transfer massa.

Polarisasi ini menyebabkan berkurangnya energi baterai serta menjadi faktor timbulnya panas. Polarisasi dilambangkan dengan  $\eta$ , dengan persamaan:

$$\eta = E_{ocv} - E_{\gamma} \dots\dots\dots(2.7)$$

dengan  $E_{ocv}$  merupakan tegangan sel dalam kondisi sirkuit terbuka (*open circuit voltage*) dan  $E_{\gamma}$  merupakan tegangan terminal sel selama arus  $i$  mengalir. Polarisasi aktifasi meningkat seiring dengan laju penghalang reaksi *charge transfer* pada permukaan elektroda. Perubahan kerapatan arus secara langsung berhubungan dengan laju konstan reaksi, akibat aktifitas reaktan dan produk, dan drop potensial. Perubahan kenaikan dan penurunan (*decay*) dari polarisasi aktifasi berlangsung cepat dan bisa dideteksi dengan perubahan tegangan yang terjadi selama interupsi arus yang berjalan antara  $10^{-2}$ - $10^{-4}$  detik. Polarisasi aktifasi mengikuti persamaan Tafel sebagai berikut:

$$\eta = a - b \log \frac{I}{I_0} \dots\dots\dots(2.8)$$

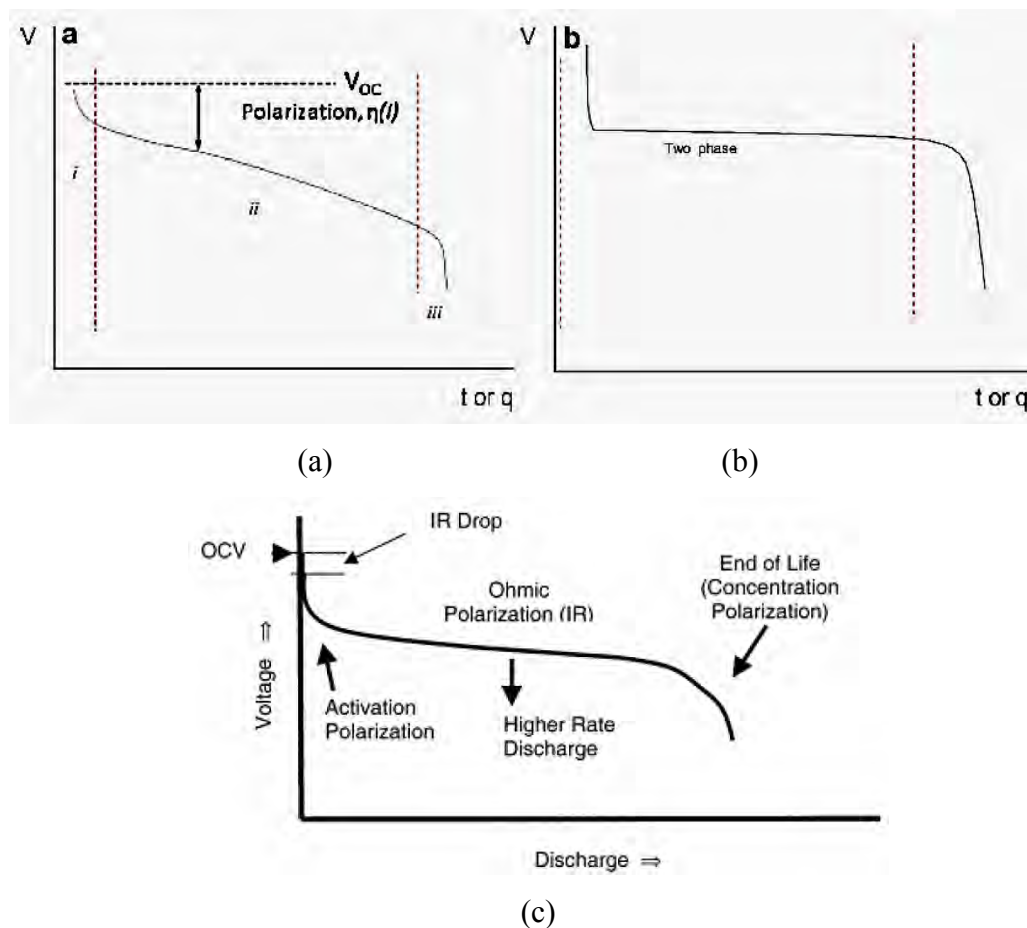
Polimerisasi ohmik dipengaruhi oleh faktor dari hambatan dalam elektrolit, material penyusun elektroda, terminal, bahan kolektor arus, hambatan tipis pada permukaan elektroda, dan kontak antar partikel dari material aktif. Polarisasi ohmik muncul dalam waktu dan hilang dalam waktu singkat pada saat arus mengalir dan berhenti ( $\leq 10^{-6}$  s). Besar polarisasi ohmik dapat dilihat pada persamaan linier menurut hukum Ohm berikut,

$$\eta = IR \dots\dots\dots(2.9)$$

Polarisasi konsentrasi muncul ketika terdapat keterbatasan pada kemampuan transport material, misal akibat keterbatasan difusi pada permukaan elektroda. Proses difusi umumnya berlangsung lambat ( $\geq 10^{-2}$  s). Persamaan polarisasi konsentrasi ditunjukkan sebagai berikut:

$$\eta = (RT/n \ln(\frac{C}{C_0})) \dots\dots\dots(2.10)$$

dengan C adalah konsentrasi pada permukaan elektroda dan  $C_0$  adalah konsentrasi dalam bulk larutan. Polarisasi-polarisasi yang telah disebutkan di atas akan selalu mempengaruhi arus dan tegangan dalam sel elektrokimia. Profil karakteristik I-V yang diakibatkan efek kinetik dapat diamati pada Gambar 2.3 berikut



**Gambar 2.3** Kurva *discharge* sebuah sel baterai, (a) & (b) merupakan kurva V vs. t pada I tertentu yang menunjukkan polarisasi pada (a) *insertion rection* pada sebuah *solid-state solution*, (b) reaksi dengan dua fasa (Goodenough and Kim, 2011), dan (c) pengaruh polarisasi pada profil I-V sel baterai.

Kemampuan kapasitas energi yang tersimpan dalam baterai lithium tergantung pada berapa banyak ion lithium yang dapat disimpan dalam struktur bahan elektrodanya dan berapa banyak yang dapat digerakan dalam proses *charging* dan *discharging*. Hal ini dikarenakan jumlah arus elektron yang tersimpan dan tersalurkan sebanding dengan jumlah ion lithium yang bergerak (Park dkk., 2010). Berdasarkan hal tersebut, dipilih jenis aktif material penyusun sel baterai dari material yang memiliki struktur kristal dengan kemampuan *insertion compound*, yaitu material yang mampu menerima dan melepaskan  $x$  koefisien ion litium per mol tanpa mengalami perubahan besar atau kerusakan dalam struktur kristalnya. Kapasitas baterai dimaksudkan sebagai besarnya energi listrik yang dapat dikeluarkan baterai dalam kurun waktu tertentu. Selain bergantung pada jenis aktif material yang digunakan, kapasitas baterai bergantung pula pada luasnya kontak permukaan antara aktif material dan besarnya kecepatan reaksi elektrokimia ketika baterai digunakan. Luas permukaan aktif material dapat diperbesar dengan menggunakan material aktif ber-orde nano dan *porous*. Sedangkan untuk kecepatan reaksi elektrokimia dapat ditingkatkan dengan mempertimbangkan besarnya jalur difusi yang dilalui oleh ion litium, konsentrasi ion metal pada larutan elektrolit, konduktifitas elektron pada elektroda, konduktifitas ionik pada elektrolit, dan memperhatikan temperatur ruang tempat sistem baterai itu bekerja.

Besarnya kapasitas baterai secara teoritik tergantung dari material aktif yang digunakan. Sebagai contoh untuk menghitung kapasitas material katoda  $\text{LiCoO}_2$  dengan berat 1 gram adalah sebagai berikut,

Berat Atom Li = 7, Fe = 56, dan O=16  $\rightarrow$  P = 31

Bahan material yang digunakan sebesar 1 gram, sehingga bila dikonversi kedalam mol sebesar  $n = \text{gram}/\text{Mr} = 1/158 = 0.00632911$  mol, jumlah muatan = 1

Dengan bilangan Avogadro diketahui bahwa 1 mol material mengandung 96500 Coulomb

Maka, 1 gram  $\text{LiCoO}_2$  memiliki kapasitas listrik sebesar,  
 $= 0.00632911 \times 1 \times 96500 / 3600 = 0.169655 \text{ Ah/g} = 170 \text{ mAh/g}$

## 2.2. Katoda Baterai Ion Lithium

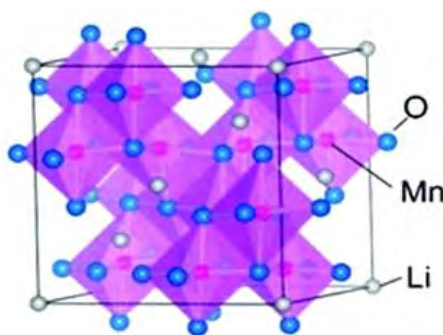
Material katoda merupakan komponen yang penting dalam pembuatan sel baterai ion litium. Hal ini dikarenakan material katoda menjadi acuan dalam menghitung kapasitas sel baterai secara teoritik. Untuk setiap berat material katoda, jumlah ion litium yang dilepaskan material katoda saat *charging* dan jumlah ion litium yang kembali saat *discharging* menggambarkan densitas energi dan densitas power dari sel baterai ion lithium. Densitas power adalah besaran energi yang dapat digunakan dalam berat tertentu dari sel baterai, sedangkan densitas energi dimaksudkan sebagai kandungan energi yang dimiliki sel baterai dalam berat tertentu. Semakin banyak ion litium yang dipindahkan dari katoda ke anoda maka semakin besar pula densitas energi sel baterai. Semakin banyak ion litium yang kembali ke katoda dari anoda tiap detiknya, maka semakin besar densitas powernya. Fenomena perpindahan ion ini disebut juga dengan *charge transfer* atau transfer muatan. Oleh karena itu, performa pada sel baterai sangat bergantung pada kondisi transfer muatan. Mekanisme ini berkaitan dengan proses difusi, konduktivitas elektronik dan ionik dari komponen pembentuk sel baterai.

Material katoda harus bersifat konduktif ionik serta bersifat konduktif elektronik. Kedua hal tersebut merupakan indikator bahwa material katoda yang digunakan memenuhi persyaratan sebagai bahan baterai. Hal ini berhubungan dengan proses *charging*, dimana ion litium akan dilepaskan dari katoda ke anoda melalui elektrolit dan bersamaan dengan itu elektron akan dilepaskan melalui rangkaian luar menuju anoda. Selain itu, material katoda juga harus memiliki profil tegangan yang rata dan kapasitas spesifik yang tinggi. Hal ini berkaitan dengan peristiwa menerima dan melepas elektron pada proses elektrokimia (Park, 2010).

Sony pertama kali mengkomersialkan baterai ion lithium pertama dilengkapi dengan  $\text{LiCoO}_2$  pada elemen katoda pada tahun 1990. Baterai  $\text{LiCoO}_2$  dapat digunakan dalam alat-alat portable tetapi gagal diaplikasikan pada alat yang membutuhkan daya tinggi seperti dalam kendaraan listrik dan hybrid dikarenakan tingkat keamanan masih rendah. Perkembangan selanjutnya, telah berhasil disintesis berbagai macam elemen katoda yang dikelompokkan menjadi tiga kelompok besar berdasarkan struktur yaitu, *lamellar*, *spinel*, dan *olivine*. Salah

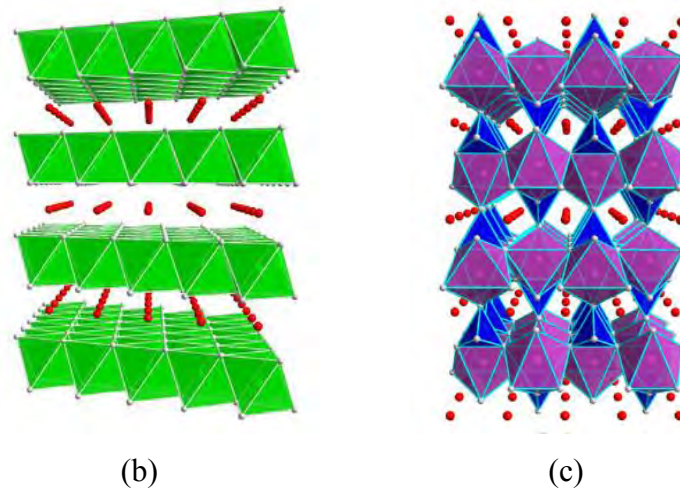
satu contoh *lamellar* adalah katoda  $\text{LiCoO}_2$  dengan proses difusi yang dilakukan oleh multi-ion Co secara substitusi. Jenis kedua, *spinel* dengan pola dasarnya berbentuk  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$ . Kelebihan  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  terletak pada konduktivitas elektronik sedang ( $10^{-5}$  S/cm), biaya produksi cukup rendah, dan ramah lingkungan. Sedangkan untuk kekurangan, terdapat pada kapasitas listrik rendah (110 mAh/g), dan terdapat kendala pada pemutusan ikatan mangan (Mn) dalam elektrolit yang menyebabkan berkurangnya waktu hidup (*cycling*) terutama ketika suhunya berada di atas suhu ruang (*low thermal stability*) (Zhang, 2012).

Jenis ketiga, *olivine* merupakan salah satu yang banyak diteliti, hal ini dikarenakan sifat elektrokimianya yang memuaskan, memiliki stabilitas termal yang bagus, ekonomis, tidak beracun dan ramah lingkungan. Selain itu, memiliki kapasitas teoritis yang cukup tinggi 170 mAh/g dan tegangan open-circuit sebesar 3.45 V *versus* ( $\text{Li/Li}^+$ ) serta memiliki kerapatan energi *gravimetric* sebesar 586 Wh/kg, sedikit lebih tinggi dibandingkan  $\text{LiCoO}_2$ . Salah satu contoh katoda yang memiliki struktur *olivine* adalah  $\text{LiFePO}_4$  (LFP). Pada eksperimen pembuatan LFP didapatkan gap pada tingkat kapasitas teoritis sebesar 170 mAh/g, hal ini dikarenakan konduktivitas elektronik intrinsik rendah ( $10^{-9}$  S/cm) dan kecepatan difusi ion  $\text{Li}^+$  yang rendah (Zhang, 2012). Perbedaan dari struktur *lamellar*, *spinel*, and *olivine* dapat dilihat pada Gambar 2.4 berikut:



(a)





**Gambar 2.4** Katoda material dengan penyisipan ion Li interstitial 3D, 2D, dan 1D pada struktur (a) *Spinel* pada  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  (Kazuhiko, 2013), (b) *lamellar* pada material katoda  $\text{Li}_x\text{TiS}_2$ ,  $\text{Li}_{1-x}\text{MO}_2$  (Goodenough, 2011), dan (c) *Olivine*  $\text{Li}_{1-x}\text{FePO}_4$  [001] (Goodenough, 2011)

### 2.3. *Lithium Ferro Phosphate (LFP)*

*Lithium ferro phosphate* (LFP) merupakan material katoda yang cukup menjanjikan terutama pada besarnya potensi sebagai generasi selanjutnya dari baterai ion lithium yang digunakan dalam EVs atau HEVs dikarenakan keunggulannya. Katoda jenis ini telah diperkenalkan pertama kali pada tahun 1997 dan sampai saat ini telah banyak penelitian dan pengembangan yang dilakukan mulai dari investigasi *synthesis routes*, struktur kristal, pembentukan sifat fisik, kimia, dan sifat elektrokimia dari katoda LFP.

LFP ini memiliki dua tipe utama yaitu tipe yang berstruktur NASICON yaitu  $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ ,  $\text{Li}_2\text{FeTi}(\text{PO}_4)_3$ , atau  $\text{LiFeP}_2\text{O}_7$  dan tipe yang berstruktur *olivine* yaitu  $\text{LiFePO}_4$ . Jika dibandingkan antara  $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$  dengan  $\text{LiFePO}_4$  sebagai material pembentuk katoda menunjukkan bahwa keduanya memenuhi kriteria sebagai material katoda pada baterai ion litium, karena keduanya memiliki *reversibility* yang baik untuk pasangan redoks  $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ . Selain itu, kedua jenis tipe ini memiliki keunggulan yaitu biaya fabrikasi rendah, kestabilan termal yang baik, aman, unsur-unsur pembentuk yang berlimpah di alam, ramah lingkungan, tidak beracun, serta memberikan densitas energi yang tinggi (Zhang, 2012). Potensial redox dari  $\text{LiFePO}_4$  vs.  $\text{Li}/\text{Li}^+$  sebesar 3.45 V lebih tinggi dibandingkan

NASICON yaitu 2.8 V untuk  $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$  dan 2.75 V untuk  $\text{Li}_2\text{FeTi}(\text{PO}_4)_3$  (Zhu, 2013) meskipun masih rendah bila dibandingkan dengan  $\text{Li}_2\text{FeP}_2\text{O}_7$  sebesar 3.5 V. Kapasitas teoritis NASICON, contohnya  $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$  memiliki kapasitas teoritis sebesar 128,2 mAh/g dan 110 mAh/g untuk  $\text{Li}_2\text{FeP}_2\text{O}_7$ , masih lebih rendah dibandingkan dengan tipe *olivine*  $\text{LiFePO}_4$  yang secara teoritis memiliki kapasitas sebesar 170 mAh/g (Masquillier, 1998). Untuk lebih jelas tentang keunggulan dan kelemahan tipe *olivine* dan NASICON dapat dilihat pada Tabel 2.2 berikut,

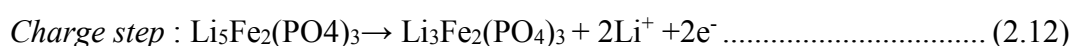
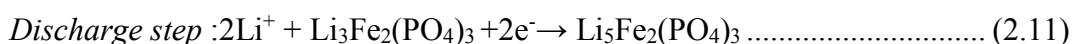
**Tabel 2.2** Kelebihan dan kekurangan Struktur *olivine* dan NASICON pada material katoda LFP

Struktur Kristal	Kelebihan	Kekurangan
<b>OLIVINE</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Meningkatkan stabilitas material selama <i>cycling</i> dan tidak ada pelepasan <math>\text{O}_2</math> selama <i>charge-discharge</i></li> <li>- Memiliki stabilitas termal yang tinggi akibat adanya ikatan kovalen pada ikatan P-O</li> <li>- Struktur yang hampir sama dengan <math>\text{FePO}_4</math> mencegah degradasi <i>volumetric</i> pada saat proses <i>charge-discharge</i> (Changbao, 2013)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Sintesis <math>\text{LiFePO}_4</math> tidak mudah karena terdapat fase pengotor yang tidak diinginkan, seperti <math>\text{Fe}_2\text{O}_3</math> dan <math>\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3</math> akibat reaksi oksidasi besi</li> <li>- Memiliki konduktivitas ionik dan pergerakan difusi ion lithium yang rendah (Andersson, 2000)</li> </ul>
<b>NASICON</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Bersifat metastabil</li> <li>- Sebagai hasil pasangan redoks <math>\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}</math>, 2 mol <math>\text{Li}^+</math> dapat berinterkalasi kedalam 1 mol <math>\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3</math> dan 1 mol <math>\text{Li}^+</math> untuk struktur <math>\text{Li}_2\text{FeP}_2\text{O}_7</math></li> <li>- Sintesis <math>\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3</math> lebih mudah dibandingkan <math>\text{LiFePO}_4</math></li> <li>- Memiliki konduktivitas ionik relatif baik yang dihasilkan dari ion lithium pada strukturnya (Andersson, 2000).</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Kapasitas teoritis yang lebih rendah dari <i>olivine</i></li> <li>- Konduktivitas listrik rendah</li> <li>- Lebih rentan terhadap degradasi <i>volumetric</i> dibandingkan <i>olivine</i></li> </ul>

Selama proses *charge/discharge*, fasa  $\text{Li}_4\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$  berada diantara fasa  $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$  dan fasa  $\text{Li}_5\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ . Struktur nano  $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$  dapat meningkatkan kemampuan kapasitas penyimpanan muatan sehingga dapat

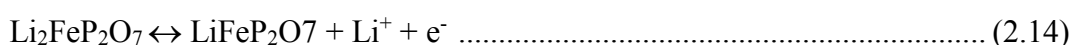
meningkatkan performa dari baterai. Selanjutnya, untuk *charge/discharge* pada tipe *olivine*, terjadi proses keluar/masuk ion lithium dalam LFP sedangkan ion Fe mengalami oksidasi/reduksi. Proses tersebut bersifat *reversible*. Struktur PO<sub>4</sub> pada tipe *olivine* membuat fasa LFP tetap stabil saat proses pelepasan ion lithium pada saat interkalasi (Toprakci, 2010). Dalam proses interkalasi, ketika ion lithium meninggalkan katoda melewati elektrolit menuju anoda, maka akan dihasilkan satu bentuk fasa FePO<sub>4</sub> yaitu isostruktural dengan *heterosite*. Pada saat proses pelepasan ion lithium ini tidak terjadi perubahan struktur kristal dari bahan katoda dan anoda. Reaksi *charge/discharge* untuk tipe NASICON, misalnya Li<sub>3</sub>Fe<sub>2</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> dan tipe *olivine* dalam baterai Li-ion adalah sebagai berikut,

Tipe NASICON:



Sedangkan untuk tipe *olivine* LiFePO<sub>4</sub> dan Li<sub>2</sub>FeP<sub>2</sub>O<sub>7</sub>

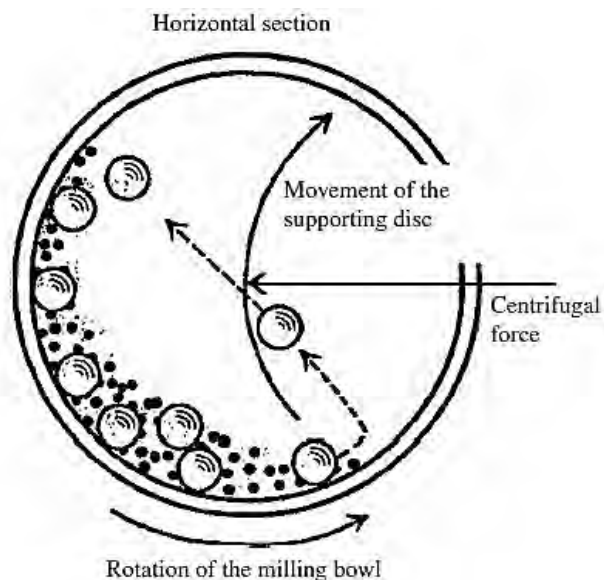
*Charge/ Discharge step:*



## 2.4. Metode Solid State

Metode *Solid-state reaction* merupakan metode konvensional dalam sintesis material katoda *Lithium iron phosphate* (LFP). Produk material katoda yang dihasilkan melalui metode *solid-state* berbentuk partikel *non-uniform, non-crystalline* dan cenderung membutuhkan waktu sintesis yang lebih lama (Zhang, 2012), serta membutuhkan temperatur kalsinasi yang tinggi, energi yang tinggi, waktu proses pemanasan yang panjang dan dalam lingkungan atmosfer tertentu agar bahan dasar atau bahan baku seluruhnya bereaksi menjadi material katoda tanpa adanya pengotor (Toprakci, 2010). Kelebihan metode *solid-state* adalah proses sangat sederhana, ekonomis dan mudah untuk dilakukan dalam skala industri. Selain itu, metode *solid-state* memungkinkan reaktan dapat mengalami reaksi kimia tanpa pelarut sehingga ramah lingkungan karena tidak menimbulkan limbah sisa pelarutan.

Metode *solid-state* ini digunakan untuk material-material khusus misalnya keramik. *Lithium ferro phosphate* (LFP) merupakan salah satu bahan keramik. Bahan-bahan yang biasanya digunakan untuk membentuk prekursor LFP yaitu LiF, CH<sub>3</sub>COOLi, Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> atau LiOH.H<sub>2</sub>O sebagai sumber ion Li, selanjutnya FePO<sub>4</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, FeC<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O atau Fe(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)<sub>2</sub> sebagai sumber ion Fe, dan NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> atau (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> sebagai sumber ion PO<sub>4</sub>. Pada metode *solid-state*, performa *electrochemical* dari LFP bergantung pada material dasar yang digunakan (Zhang, 2012). Proses pembuatan katoda pada metode *solid state reaction* dilakukan dengan cara menggerus bahan dasar menjadi satu dalam waktu yang relatif panjang dengan menggunakan mortar atau melalui *ball milling*. Hal ini bertujuan untuk mendapatkan pencampuran secara homogen serta mereduksi ukuran serbuk. Ilustrasi metode *solid state* dengan menggunakan *ball milling* ditunjukkan pada gambar berikut,



**Gambar 2.5** Ilustrasi pergerakan bola dan serbuk dalam ball mill (Basu, 2011)

Pada proses *milling*, bola-bola penggerus, biasanya terbuat dari zirkonia yang memiliki densitas tinggi yaitu 5,7 gr/cm<sup>3</sup> digunakan untuk memberikan beban berulang, pemberian beban secara berulang tersebut akan menyebabkan material mengalami deformasi plastis sehingga ukuran material tereduksi. Proses *ball milling* terbagi menjadi dua yaitu dengan cara *dry milling* dan *wet milling*.

*Dry miling* berarti pada saat proses pencampuran tidak digunakan pelarut apapun, sedangkan *wet milling* menggunakan medium pelarut biasanya berupa alkohol, *acetone*, *butanol*, aquades dan lain-lain bergantung pada jenis bahan dasar yang digunakan.

Proses *milling* dipengaruhi oleh beberapa hal, yang pertama adalah oleh *ball to powder ratio* (BPR), *ball to powder ratio* (BPR) yang ideal digunakan agar terjadi *milling* yang efektif adalah 4:1 (Basu, 2011), selanjutnya adalah jenis bola yang digunakan, bola harus lebih keras dari pada material yang mengalami *milling*. Selain itu terdapat pengaruh kecepatan, dimana *milling* dilakukan dengan kecepatan tertentu. Kecepatan *milling* efektif bila kecepatan bola lebih besar dari kecepatan kritis. Hal ini dikarenakan bola berputar sesuai gaya sentrifugal yang menyebabkan terjadinya gesekan dan tumbukan untuk mereduksi ukuran partikel. Jika kecepatan *ball milling* lebih kecil dari kecepatan kritis, maka beban bola yang menyebabkan *milling* tidak akan mereduksi secara maksimal.

## **BAB III**

### **METODOLOGI**

Tujuan dari penelitian ini adalah mensintesis material komposit katoda *lithium ferro phospat* (LFP/C) dengan variasi temperatur kalsinasi pada kondisi inert dan mengkarakterisasi sifat listrik serta performa baterai yang dimiliki. Metode penelitian ini diuraikan menjadi beberapa bagian yaitu (1) persiapan bahan dan alat, (2) sintesis material komposit katoda LFP/C, (3) karakterisasi bahan uji.

#### **3.1 Persiapan Alat dan Bahan**

##### **3.1.1 Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas beker 500 mL, labu ukur 50 mL, gelas ukur, pipet, spatula kaca dan besi, mortar, *High Energy Ball Milling*, bola zirconia, timbangan digital (*digital balance*), pengaduk magnet (*stirring magnetic*), magnet, *crucible*, oven, *furnace*, *Ultrasonic Cleaner*, sel baterai, *X-Ray Diffraction* (XRD), *Particle Size Analyzer* (PSA), *Scanning Electron Microscopy- Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX), *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS), alat uji *Charge-Discharge* (CD) dan *Cyclic Voltametry* (CV).

##### **3.1.2 Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu Besi (III) Oksida ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) yang merupakan bahan alam dari Tanah Laut Kalimantan, di-Amonium hidrogen phospat ( $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ) (*merck*), Lithium karbonat ( $\text{Li}_2\text{CO}_3$ ) (*merck*), sumber karbon adalah *citrid acid*, alkohol, gas inert ( $\text{N}_2$ ), Aluminium, dan aquades

#### **3.2 Prosedur Penelitian**

##### **3.2.1 Ekstraksi Prekursor $\text{Fe}_3\text{O}_4$**

Proses pertama yaitu batu besi yang diperoleh dihancurkan sampai menjadi serbuk, kemudian dilakukan *sieving* dengan ukuran 140 mesh, setelah itu,

dilakukan separasi menggunakan magnet batang untuk memisahkan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan impuritas-impuritas lainnya. Tahap selanjutnya, serbuk dimasukkan ke dalam *Ultrasonic Cleaner* untuk menghilangkan impuritas yang masih menempel. Proses pencucian dengan menggunakan *Ultrasonic Cleaner* dilakukan berulang-ulang sampai didapatkan serbuk dengan warna kehitaman. Selanjutnya, serbuk yang telah diperoleh dikarakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui fasa yang terbentuk.

### 3.2.2 Sintesis Komposit LFP/C

Proses sintesis prekursor *lithium ferro phosphate carbone composite* (LFP/C) dilakukan menggunakan metode *solid-state reaction* dengan *ball milling*. Prekursor LFP/C dibuat dari pencampuran serbuk fosfat  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  (*merck*), Lithium karbonat  $(\text{Li}_2\text{CO}_3)$  (*merck*), serbuk Besi(III) Oksida ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), dan asam sitrat sebagai sumber karbon. Selanjutnya dilakukan proses *milling* menggunakan zirkonia *ball milling* dengan perbandingan massa bahan dengan bola zirkonia adalah 1:5. Proses *milling* dilakukan secara *wet milling* dengan alkohol sebagai media pencampurnya dengan kecepatan 300 rpm selama 5 jam dan dikeringkan pada temperatur  $110^\circ\text{C}$  selama 7 jam. Selanjutnya, dari proses *ball milling* didapatkan prekursor *lithium ferro phosphate* (LFP). Langkah selanjutnya, dilakukan proses kalsinasi yang divariasi pada temperatur tertentu. Prekursor *lithium ferro phosphate* (LFP) dipanaskan dengan menggunakan *tube furnace* selama 10 jam dalam lingkungan atmosfer nitrogen ( $\text{N}_2$ ) pada variasi temperatur  $400^\circ\text{C}$ ,  $500^\circ\text{C}$ ,  $600^\circ\text{C}$  dan  $700^\circ\text{C}$ . Selanjutnya serbuk prekursor *lithium ferro phosphate* (LFP) dikarakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui fasa-fasa yang terbentuk, *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) untuk identifikasi mikrostruktur, *Particle Size Analyzer* (PSA) untuk mengidentifikasi distribusi ukuran partikel rata-rata, dan *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS) untuk mengetahui nilai konduktivitas pada baterai serta pengujian *Charge-Discharge* (CD) dan *Cyclic Voltametry* (CV) untuk mengetahui performa baterai yang dihasilkan.



### 3.3 Karakterisasi Bahan Uji

Karakterisasi material pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk identifikasi fasa yang terbentuk, *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) untuk identifikasi mikrostruktur, *Particle Size Analyzer* (PSA) untuk mengidentifikasi distribusi ukuran partikel rata – rata, *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS) untuk mengetahui nilai konduktivitas pada baterai dan pengujian *Charge-Discharge* (CD) dan *Cyclic Voltametry* (CV) untuk mengetahui performa baterai.

#### 3.3.1 *X-Ray Diffractometer* (XRD)

Material komposit katoda LFP/C yang diberikan variasi temperatur kalsinasi pada penelitian ini akan di uji dengan *X-Ray Diffractometer* (XRD) untuk mengetahui terjadinya transformasi fasa dan mengetahui karakteristik material secara kuantitatif dan kualitatif berdasarkan data difraksi sinar-X dengan menggunakan analisis *Rietveld* (Rietveld, 1969). Metode *Rietveld* merupakan metode pencocokan non-linier (*non-linear fitting*) dengan kurva pola difraksi terhitung (model) dengan pola difraksi terukur yang didasarkan pada data struktur kristal dengan menggunakan metode kuadrat terkecil (*least-squares*). Keluaran yang dihasilkan berupa parameter-parameter diperhalus (*refined*) selama pencocokan. Hasil yang diperoleh menggambarkan sifat-sifat material yang diteliti. Metode ini dapat digunakan sebagai alat bantu karakterisasi material kristalin dan mengetahui berbagai informasi kimiawi maupun struktur-mikro. Selain itu, analisis Rietveld dapat digunakan secara khusus untuk menentukan parameter kisi secara akurat (O'Connor & Pratapa, 2002). Hasil XRD yang diperoleh selanjutnya di analisis dengan menggunakan *software* PDXL untuk mengetahui komposisi fasa dan *lattice parameter* yang diperoleh.

Sumber yang digunakan dalam pengujian ini yaitu sinar-X dengan radiasi gelombang elektromagnetik transversal pada daerah panjang gelombang 0,1–1000 Å yang terdiri dari partikel tidak bermuatan. Sinar-X dapat terbentuk apabila suatu logam sasaran ditembak dengan berkas elektron berenergi tinggi. Dalam eksperimen digunakan sinar-X yang monokromatis. Kristal akan memberikan

hamburan yang kuat jika arah bidang kristal terhadap berkas sinar-X (sudut  $\theta$ ) memenuhi persamaan Bragg, seperti ditunjukkan dalam persamaan 3.1

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \dots\dots\dots (3.1)$$

dengan:

$n$  = orde (0,1, 2, 3,...),

$\lambda$  = panjang gelombang sinar-X yang digunakan,

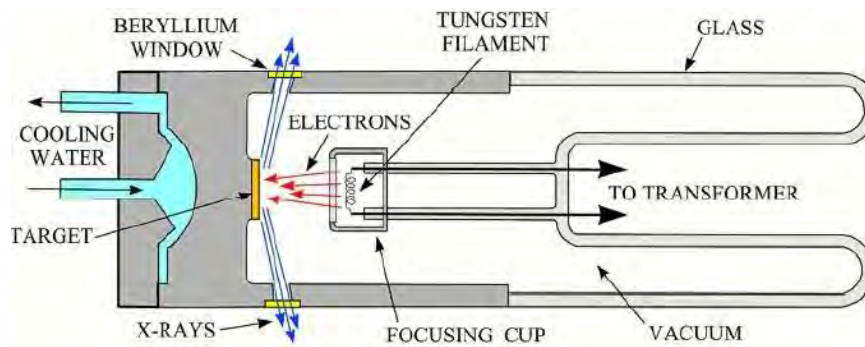
$d$  = jarak antar bidang kristal,

$\theta$  = sudut sinar datang.

Pada pengujian ini, digunakan peralatan difraksi sinar-X tipe Philips X'Pert MPD (*Multi Purpose Diffractometer*) di Laboratorium Difraksi Sinar-X *Research Center* LPPM ITS Surabaya. Pengukuran ini akan dilakukan pada tegangan 40 kV dan arus 30 mA dengan menggunakan target Cu ( $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$ ). Pengukuran dilakukan pada *scanning step*  $0,02^\circ$  dan sudut  $2 \theta$  antara  $15^\circ$  hingga  $65^\circ$ . Berikut gambar peralatan yang digunakan dalam pengujian XRD:



(a)



(b)

**Gambar 3.1** Peralatan XRD di Riset Center ITS (a) alat XRD dan (b) prinsip kerja alat XRD

### 3.3.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM (*Scanning Electron Microscope*) adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar morfologi permukaan benda. Prinsip kerja SEM adalah menembakkan berkas elektron berenergi tinggi pada permukaan benda. Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Pantulan elektron-elektron sekunder, elektron-elektron terhambur dan radiasi sinar-X karakteristik akan memberikan informasi tentang keadaan sampel seperti bentuk permukaan (topografi) dan komposisi kimia yang terkandung dalam material apabila dihubungkan dengan alat EDX (*Energy Dispersive X-Ray*).



**Gambar 3.2** Peralatan SEM di laboratorium COE (*Center of Energy*) gedung robotika ITS Surabaya.

### 3.3.3 Uji *Particle Size Analyzer* (PSA)

Karakterisasi menggunakan PSA digunakan untuk menentukan ukuran rata-rata partikel LFP/C. PSA (*Particle Size Analyzer*) menggunakan metode *Dinamyc Light Scattering* (DLS) yang memanfaatkan hamburan inframerah. Hamburan inframerah ditembakkan oleh alat terhadap sampel sehingga sampel akan bereaksi menghasilkan gerak *Brown* (gerak acak dari partikel yang sangat kecil dalam cairan akibat dari benturan dengan molekul-molekul yang ada dalam zat cair). Gerak inilah yang kemudian di analisis oleh alat, semakin kecil ukuran molekul maka akan semakin cepat gerakannya (Malvern Instrumen Limited, 2012).

Pengujian PSA dilakukan dengan menggunakan metode basah dimana metode ini menggunakan media pendispersi untuk mendispersikan material uji. Hal ini dikarenakan partikel didispersikan ke dalam media sehingga partikel tidak saling beraglomerasi (menggumpal). Dengan demikian ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle*. Selain itu hasil pengukuran dalam bentuk distribusi, sehingga hasil pengukurandapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel.

Keunggulan penggunaan *Particle Size Analyzer* (PSA) untuk mengetahui ukuran partikel:

1. Lebih akurat. Pengukuran partikel dengan menggunakan PSA lebih akurat jika dibandingkan dengan pengukuran partikel dengan alat lain seperti SEM. Hal ini dikarenakan partikel didispersikan ke dalam media sehingga ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single partikel*.
2. Hasil pengukuran dalam bentuk distribusi, sehingga dapat menggambarkan keseluruhan kondisi sampel.
3. Rentang pengukuran dari 0,6 nanometer hingga 7 mikrometer.

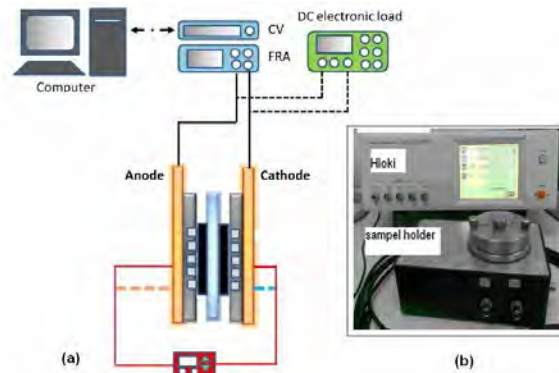


**Gambar 3.3** Peralatan pengujian PSA (*Particle Size Analyzer*) di Laboratorium Zat Padat, Fsika ITS Surabaya.

#### **3.3.4 Uji *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS)**

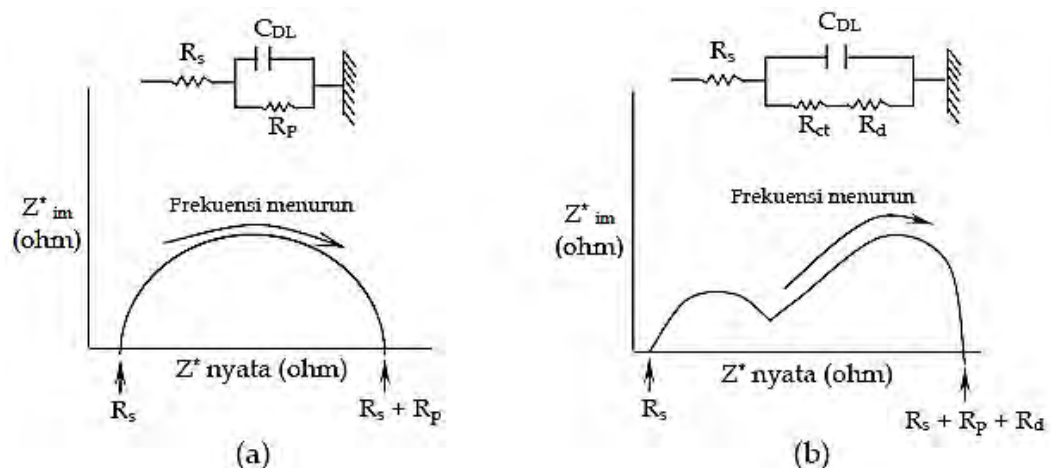
Pengujian *Electrochemical Impedance Spectroscopy* EIS dilakukan untuk mengetahui perilaku impedansi kompleks dari material keramik komposit katoda LFP/C. EIS merupakan suatu pengujian ekperimental elektrokimia non-destruktif pada berbagai jenis baterai. Alat yang digunakan adalah LCR meter, HIOKI 3532-50 *Chemical Impedance Meter* LCR HiTESTER. Parameter yang dapat dihasilkan berupa impedansi riil, impedansi imajiner, pergeseran sudut fasa, dan impedansi total, dengan menggunakan variasi spektrum frekuensi dalam skala logaritmik.

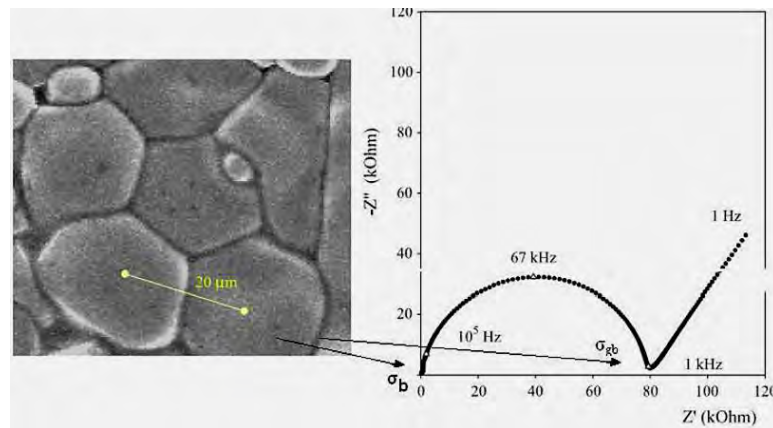
Spektrum frekuensi dibangkitkan dari 0.1 Hz-10 KHz dengan tegangan 20 mV. Pemilihan skala log ( $f$ ) penting dilakukan untuk menghasilkan sebaran  $f$  pada frekuensi rendah. Spektrum frekuensi yang digunakan akan mengidentifikasi perubahan impedansi kompleks yang terkait dengan reaksi elektrokimia yang terjadi, yang menggambarkan gejala dinamika internal reaksi elektrokimia. Pengujian EIS menggunakan pendekatan teknik pengukuran spektroskopi impedansi elektrokimia berdasarkan pengertian bahwa arus listrik yang mengalir melintasi suatu antarmuka logam dan larutan dipandang sebagai bagian dari reaksi elektrokimia yaitu proses transfer muatan. Oleh sebab itu, sistem antarmuka elektroda atau larutan dapat dipandang sebagai susunan komponen listrik yang terdiri atas sejumlah resistor dan kapasitor listrik. Pada Gambar 3.4 diperlihatkan skema dan peralatan pengukuran EIS.



**Gambar 3.4** (a) skematik setup pengukuran EIS, dan (b) alat pengujian EIS (Subhan, 2011)

Prinsip dari EIS yaitu menentukan sejumlah parameter yang berkaitan dengan kinetika elektrokimia yang berupa tahanan polarisasi ( $R_p$ ), tahanan larutan ( $R_s$ ), kapasitansi lapisan rangkap atau *double layer* ( $C_{DL}$ ). Profil kurva tunggal EIS semicircle menunjukkan keberadaan konduktansi ionik/bulk yang berhubungan dengan  $R_s$  dan elektronik/*grain boundary* yang berhubungan dengan  $R_p$ , dimana nilai konduktansi elektronik didapatkan dengan menentukan potongan *semicircle* dengan sumbu real pada daerah spektrum frekuensi rendah. Hal ini ditunjukkan dengan jelas pada Gambar 3.5.





**Gambar 3.5** Profil kurva hasil pengukuran impedansi komponen sel baterai (Subhan, 2011)

Berdasarkan gambar terlihat model sirkuit system elektrokimia elektroda yang tercelup dalam larutan elektrolit. Pada Gambar 3.5 (a) menunjukkan adanya tahanan polarisasi antara antarmuka elektroda dengan larutan ( $R_p$  dan  $R_s$ ), sedangkan untuk gambar (b) menunjukkan adanya hambatan transfer muatan  $R_{ct}$  dan hambatan difusi  $R_d$ . Hasil pengukuran impedansi dari komponen sel dianalisa dengan menggunakan persamaan konduktifitas sebagai berikut,

$$R = \rho \frac{l}{A} \dots\dots\dots (3.1)$$

Untuk mengetahui nilai konduktivitas material baterai, digunakan persamaan sebagai berikut,

$$\sigma_g = 1 / \rho_g \dots\dots\dots (3.2)$$

$$\sigma_{gb} = 1 / \rho_{gb} \dots\dots\dots (3.3)$$

$$\sigma_{total} = \sigma_g + \sigma_{gb} \dots\dots\dots (3.4)$$

dengan,

$R$  = hambatan yang terukur ( $\Omega$ )

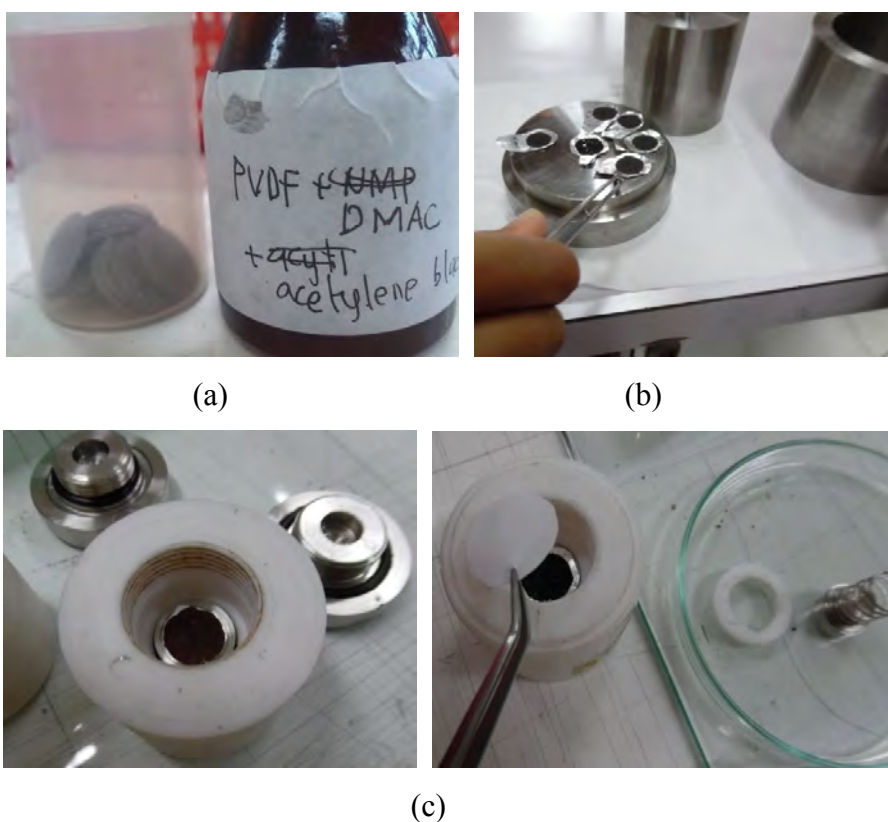
$A$  = Luas penampang ( $\text{cm}^2$ )

$\rho$  = resistivitas ( $\Omega.\text{cm}$ )

$\sigma$  = konduktivitas ion ( $\text{ohm. cm}^{-1}$ )

$l$  = dimensi tebal sampel ( $\text{cm}^3$ )

Pengukuran konduktivitas dilakukan dengan prosedur tertentu. Komponen harus berupa dalam bentuk sel baterai. Langkah pertama setelah memperoleh sampel aktif material yang dilakukan adalah membuat *salary*. *Salary* merupakan campuran dari *Polyvinylidene Fluoride* (PVDF) ditambahkan dengan DMAC, *asytelene black*, dan aktif material. Preparasi baterai menggunakan perbandingan 80:10:10 untuk aktif material, *asytelene black*, PVDF. Pencampuran PVDF, DMAC, dan *asytelene black* dilakukan dengan menggunakan magnetik stirer dengan kecepatan 150 rpm, sedangkan aktif material dicampurkan dengan menggunakan mortar. Material yang telah tercampur kemudian ditempelkan diatas grid atau lembar aluminium kemudian dikeringkan selama 24 jam dalam oven dan kemudian dikompaksi. Sampel yang telah siap dimasukkan kedalam tempat sel baterai berikut dengan anoda (lithium metal), separator dan elektrolit untuk diuji konduktifitas dan performa baterai, selengkapnya dapat diamati pada Gambar 3.6 berikut ini,



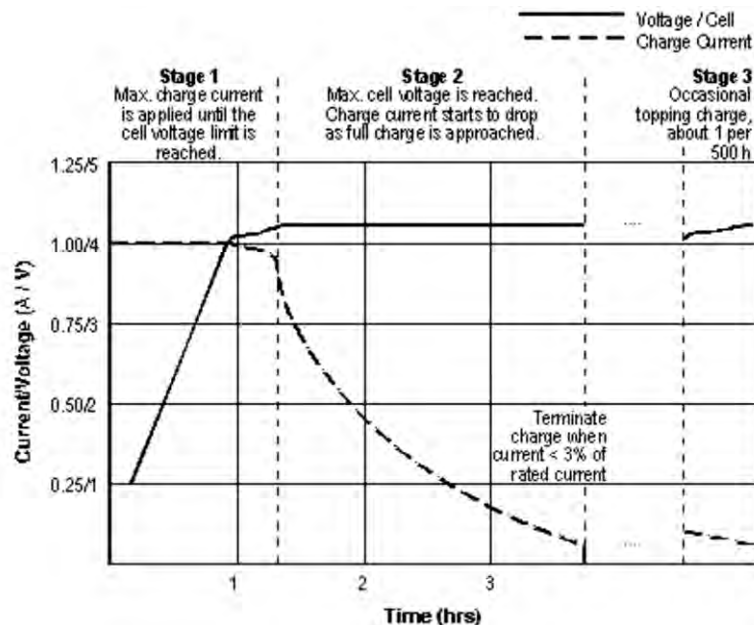
**Gambar 3.6** (a) grid dan botol tempat *salary*, (b) proses kompaksi, dan (c) preparasi aktif material, separator serta elektrolit untuk membentuk sel baterai



Alat uji konduktifitas akan menghasilkan data-data yang berasal dari respon material terhadap rentang frekuensi yang diberikan. Data yang dihasilkan berupa nilai impedansi real ( $Z'$ ) dan impedansi imajiner ( $Z''$ ). Plot kurva yang akan terlihat berbentuk seperti kurva Nyquist seperti pada Gambar 3.5. Selanjutnya nilai konduktifitas ionik dapat dihitung dengan menggunakan persamaan (3.1-3.4).

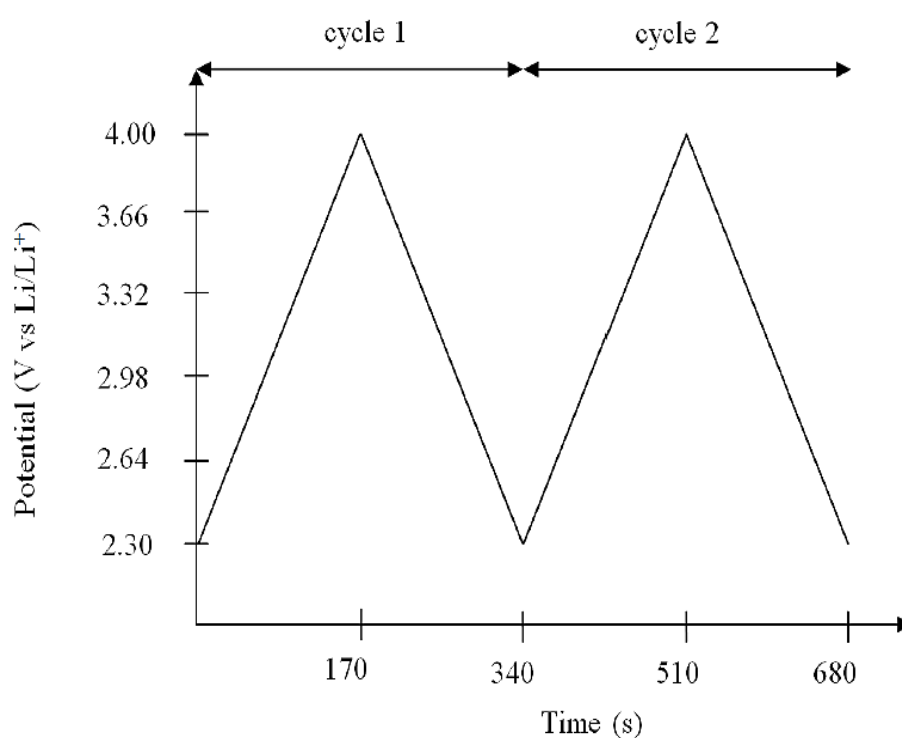
### 3.4.5 Uji Performa Baterai

Sebuah material dikatakan material baterai bila telah diuji performanya melalui beberapa pengujian seperti uji *charge/discharge* (CD) untuk menentukan kapasitas muatan sel baterai pada material katoda yang telah dibuat, dan uji *Cyclic Voltametry* untuk menentukan *working voltage* dan melihat puncak oksidasi-reduksi pada baterai. Pada pengujian CD, pola pengisian baterai lithium sekunder memerlukan *charger* dengan profil I-V yang memenuhi karakteristik Fabrikasi dan karakterisasi sebagai sumber arus sekaligus sumber tegangan diakhir tahap pengisian. Gambar 3.7 menunjukkan profil I-V pengisian baterai lithium ion *rechargeable*.



**Gambar 3.7** Profil tegangan yang harus dipenuhi selama pengisian baterai lithium. Terdiri dari 3 tahapan. Stage 1 baterai diisi dengan sumber arus tetap, stage 2-3 dengan sumber tegangan tetap.

Data selama pengujian sel baterai direkam dengan menggunakan picologer ADC20 yang terdiri dari 8 channel input, dengan kemampuan rekam 50 ms dan multimeter sebagai pengatur waktu *switch* ketika *charge-discharge*. Pengujian CD dilakukan di RISTEK serpong Jakarta. Selanjutnya setelah dilakukan pengujian CD diteruskan dengan pengujian CV. Uji CV merupakan teknik elektrokimia yang digunakan untuk mengukur reaksi redox, kinetik transfer elektron dan transisi fasa dari *sell volta* dengan cara mengukur arus untuk setiap potensial yang diberikan. Perbedaan energi kerja dan referensi elektroda menghasilkan potensial terapkan. Potensial yang bekerja pada elektroda dipindai bolak-balik, linear dengan waktu memproduksi gelombang segitiga seperti pada Gambar 3.8. Scan unit menggunakan satuan dalam  $V.s^{-1}$  atau  $mV.s^{-1}$ .



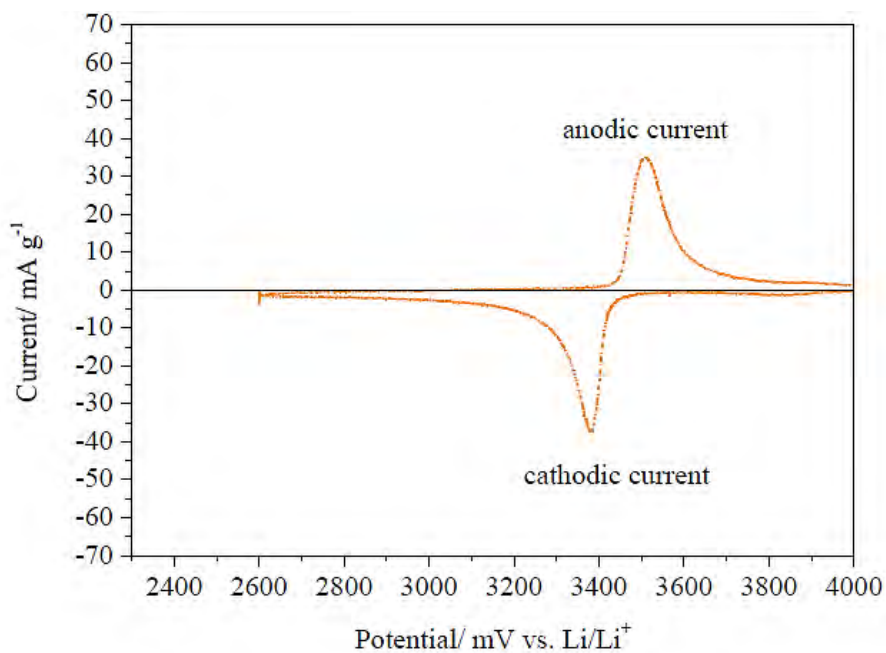
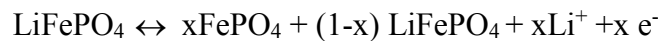
**Gambar 3.8** Potensial signal segitiga berulang pada  $0.1 \text{ mV.s}^{-1}$  dengan tegangan cut off  $2.3 - 4.0 \text{ V vs Li/Li}^+$ . (Hamid, 2013)

Data yang diperoleh diplot sebagai arus terhadap potensial diterapkan seperti ilustrasi pada Gambar.3.8. Untuk pengukuran bahan katoda, pola scan pengujian dimulai dengan tegangan rendah dan meningkat menjadi potensial yang lebih

tinggi sebelum berbalik kembali ke potensial awal. Peningkatan arus puncak yang muncul mengindikasikan terjadinya reaksi oksidasi. Reaksi reduksi terjadi ketika arus menurun. Integral dari keduanya baik pada puncak anodik atau katodik dapat disederhanakan sebagai persamaan 3.5 berikut ini,

$$Q = \int_{t_1}^{t_2} I dt \dots\dots\dots(3.5)$$

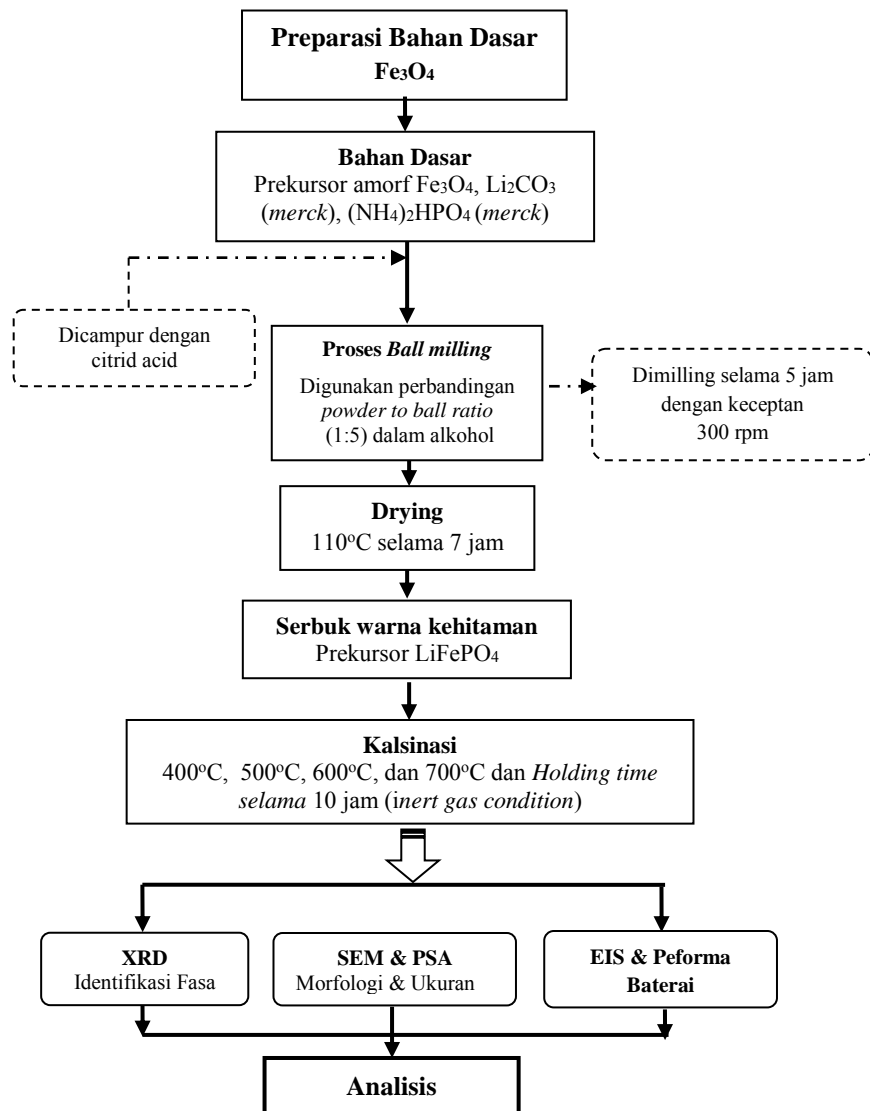
Berdasarkan Gambar 3.9 menunjukkan CV dari LFP pada tingkat scan 0.01mV / s menaikkan produksinya antara 2.3 dan 4 V vs Li / Li +. itu jelas tergambar bahwa reaksi redoks terjadi sementara Li diekstraksi dan dimasukkan selama reaksi elektrokimia seperti yang dinyatakan dalam persamaan reversibel berikut.



**Gambar 3.9** Diagram CV dari LFP dengan scan rate 0.1 mV.s<sup>-1</sup> dan tegangan cut off 2.3 – 4.0 V vs Li/Li<sup>+</sup> . (Hamid, 2013)

### 3.1.2 Diagram Alir Penelitian

#### Sintesis Komposit *Lithium Ferro Phosphate* ( $\text{LiFePO}_4/\text{C}$ )



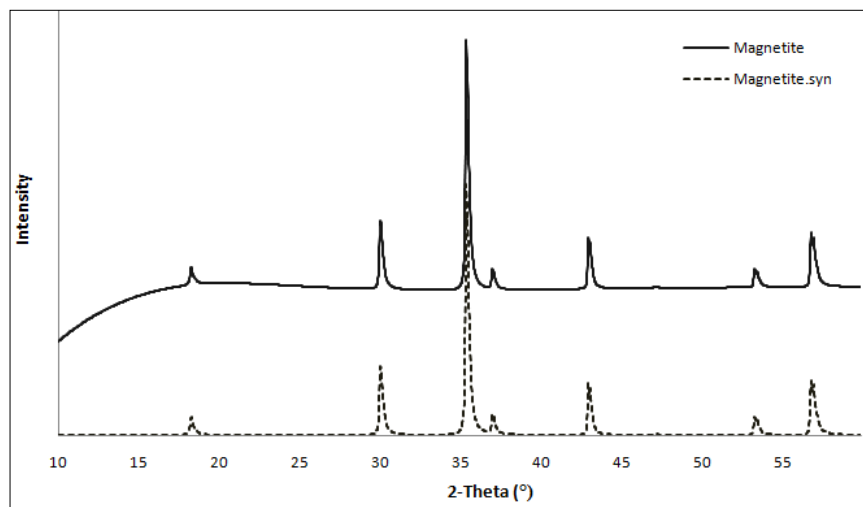
**Gambar 3.10** Diagram alir sintesis prekursor komposit *lithium ferro phosphate* (LFP/C).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

**Tabel. 4.1** Hasil *X-ray fluorescence* (XRF) dari serbuk batu Tanah Laut Kalimantan

Perlakuan	Unsur (%)					
	Fe	Si	Ca	Cu	Mn	Lain-lain
Sebelum Ekstraksi	95.83	2.6	0.13	0.17	0.13	1.298
Setelah Ekstraksi	98.02	1	0.1	0.14	0.13	0.677

Pada Tabel 4.1 terlihat adanya elemen-elemen impuritas, dimana dari segi konsentrasi tidak terlalu signifikan sehingga dapat diabaikan. Berdasarkan data pada tabel, konsentrasi unsur Fe sebelum pencucian sebesar 95.83% dan meningkat menjadi 98.02% akibat dari hilangnya impuritas, seperti pada unsur Si yang berkurang dari 2.6% menjadi 1%. Perbedaan warna akibat adanya pengurangan impuritas dapat dilihat secara makroskopis pada Gambar 4.1. Berdasarkan gambar serbuk sampel sebelum ekstraksi memiliki warna hitam kemerahan dan berubah menjadi hitam setelah diekstraksi. Hasil ekstraksi serbuk akan dianalisa dengan menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD). Hasil yang diperoleh dari data XRD selanjutnya dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif dengan menggunakan *software* PDXL untuk mengetahui kandungan fasa yang terbentuk seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.2.



**Gambar 4.2** Hasil grafik XRD dari serbuk batu Tanah Laut Kalimantan setelah diekstraksi

Berdasarkan Gambar 4.2 diperoleh puncak-puncak difraksi yang sesuai dengan fasa tunggal Besi(III) Oksida ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) *magnetite*. Serbuk  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ini selanjutnya digunakan sebagai sumber ion Fe dalam pembuatan komposit katoda LFP/C.

#### 4.2 Karakterisasi Komposit LFP/C

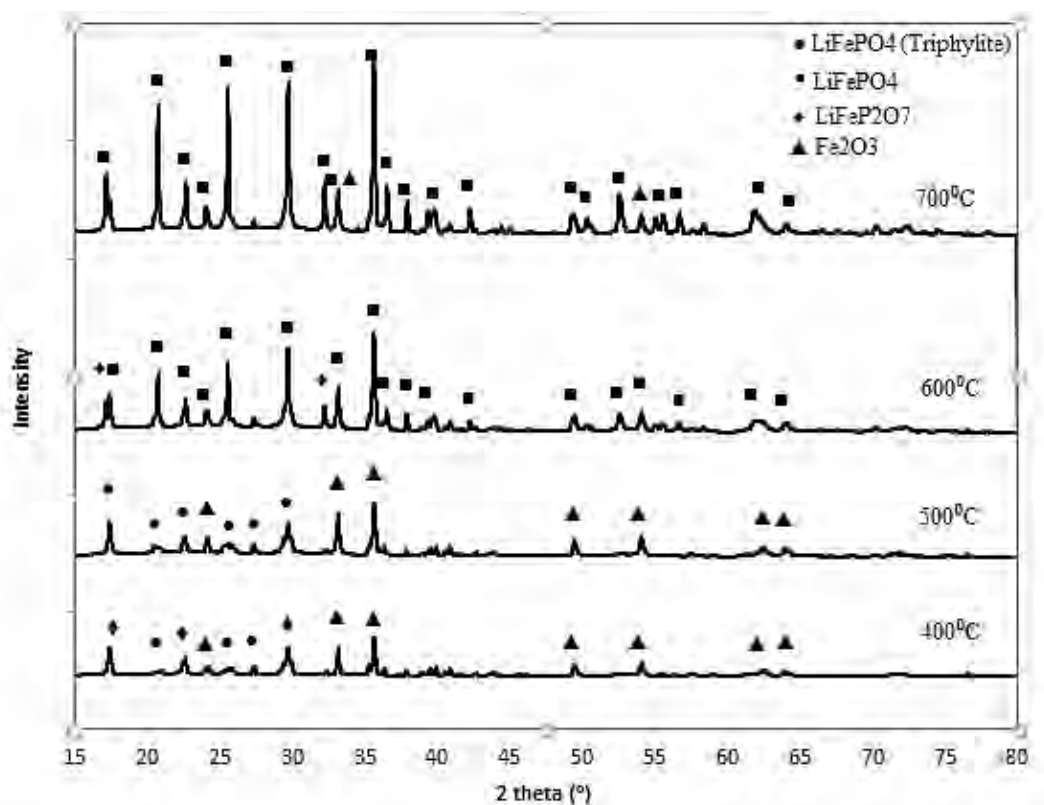
Identifikasi kandungan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada serbuk batu Tanah Laut Kalimantan selanjutnya dijadikan sumber ion Fe pada pembuatan material komposit katoda baterai ion lithium. Sampel yang telah disiapkan kemudian diberi variasi temperatur kalsinasi. Variasi temperatur kalsinasi didasarkan pada studi referensi dan percobaan yang dilakukan sebelum pengambilan data. Rentang variasi temperatur terkecil diambil di atas temperatur karbonisasi asam sitrat, yaitu 400 °C dan temperatur terbesar pada 700 °C (Zhang dkk., 2012). Selanjutnya sampel yang telah dikalsinasi, diuji dengan menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD).

##### 4.2.1 Analisis Struktur Komposit LFP/C dengan Difraksi Sinar-X

Hasil proses variasi temperatur kalsinasi pada prekursor selanjutnya akan dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif dengan menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD) untuk mengetahui fasa-fasa yang terbentuk. Karakterisasi hasil sintesis komposit LFP/C dengan menggunakan XRD dilakukan pada rentang sudut antara 15°-80°. Pemilihan rentang sudut tersebut didasarkan pada pertimbangan munculnya puncak pertama dari fasa yang diinginkan, dimana untuk LFP muncul pada sudut  $\pm 17^\circ$  (PDF 040-160416). Untuk mengidentifikasi fasa yang diduga sebagai struktur LFP dilakukan proses pencocokan data posisi-posisi puncak difraksi terukur dengan *database* dalam bentuk PDF (*Powder Diffraction File*).

Serbuk dari sintesa LFP menunjukkan adanya perubahan warna pada tiap perlakuan temperatur kalsinasi. Hal ini menunjukkan adanya perubahan fasa seiring dengan perubahan temperatur. Hasil pengamatan dengan menggunakan XRD untuk semua sampel komposit LFP/C dengan variasi temperatur 400°C-700 °C ditunjukkan seperti pada Gambar 4.3.

Berdasarkan pola hasil data difraksi dapat dilihat bahwa keempat sampel memiliki puncak-puncak utama yang hampir sama apabila dilihat secara umum. Hal ini terlihat pada puncak difraksi sampel dengan temperatur kalsinasi 400°C yang memiliki kemiripan dengan sampel 500 °C, sedangkan sampel pada 600 °C memiliki kemiripan dengan sampel 700°C. Selain itu, terlihat bahwa peningkatan temperatur kalsinasi menyebabkan peningkatan kristalinitas fasa yang ditunjukkan dengan intensitas puncak-puncak difraksi yang meningkat.



**Gambar 4.3** Pola XRD material komposit LFP/C menggunakan metode *solid state reaction* pada temperatur 400 °C, 500°C, 600°C dan 700°C

Analisis secara signifikan untuk mengetahui komposisi fasa-fasa yang terbentuk dengan lebih tepat dapat menggunakan *software* PDXL. Hasil yang diperoleh mengindikasikan lebih dari satu fasa terbentuk pada setiap perlakuan temperatur kalsinasi, untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada Tabel 4.2. Impuritas yang muncul kebanyakan dalam bentuk fasa hematite  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dengan struktur hexagonal. Kemunculan hematite sebagai impuritas dimungkinkan akibat



beberapa hal. Penyebab pertama, akibat adanya  $O_2$  yang terbawa oleh aliran gas atau berasal dari  $O_2$  yang terjebak (*trapping*) pada *bulk* prekursor sehingga menyebabkan oksidasi. Selain itu, bisa diakibatkan karena temperatur yang dibutuhkan untuk membentuk kristalinitas tidak mencukupi seperti pada sampel temperatur 400 °C sehingga tidak semua ion Li dapat menyisip atau bereaksi dengan material awal yang berupa  $Fe_3O_4$ , akibatnya terdapat material  $Fe_3O_4$  yang bertransformasi membentuk  $Fe_2O_3$ . Namun, impuritas dari fasa hematite perlahan-lahan berkurang seiring dengan meningkatnya temperatur kalsinasi yang digunakan. Komposisi fasa yang terbentuk pada masing-masing variasi temperatur kalsinasi dapat dilihat pada Tabel 4.2 berikut,

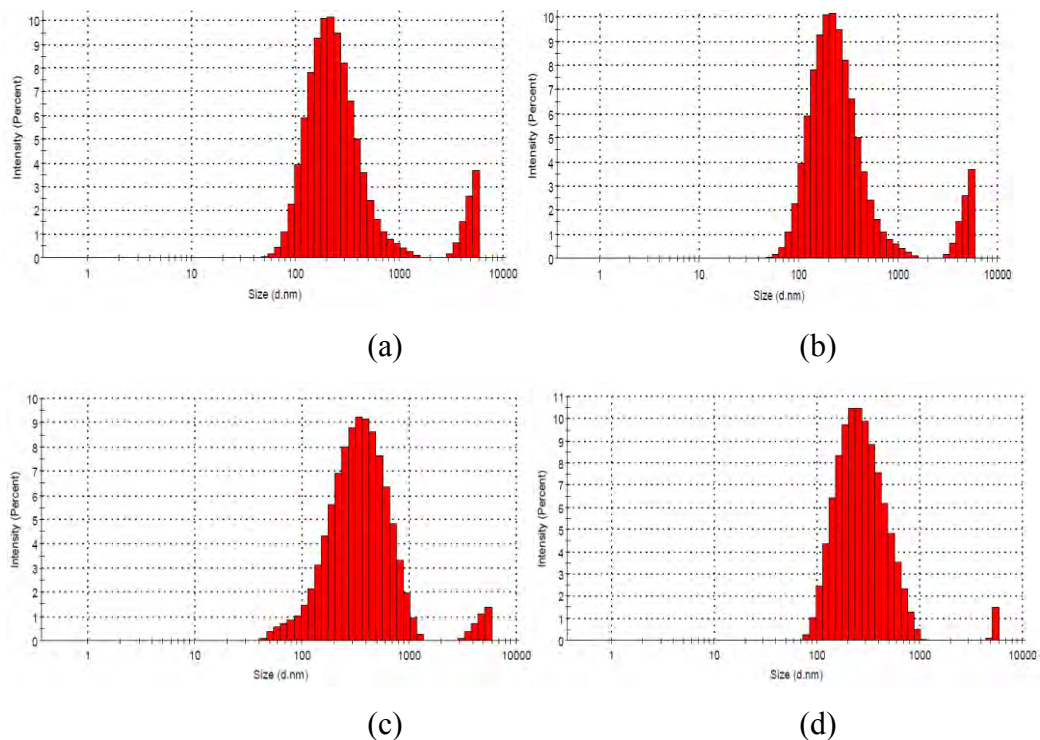
**Tabel. 4.2** Analisis PDXL terhadap sampel komposit LFP/C pada temperatur 400 °C, 500°C, 600°C dan 700°C

Sampel LiFePO <sub>4</sub> /C at	Phase (Space Group)	No. ICDD (card number)	% Weight Phase Composition	Chi <sup>2</sup>	Rwp
400°C	LiFePO <sub>4</sub> (62/Pnma)	00-040-1499	31	1.06	6.90
	LiFeP <sub>2</sub> O <sub>7</sub> (P1211)	04-011-6388	48		
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (R-3c)	00-033-0664	21		
500°C	LiFePO <sub>4</sub> (62/Pnma)	04-015-7065	62	1.13	10.58
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (R-3c)	01-080-5409	38		
600°C	LiFePO <sub>4</sub> (62/Pnma)	01-080-6319	69	1.29	28.01
	Li <sub>2</sub> FeP <sub>2</sub> O <sub>7</sub> (P121/c1)	04-017-3008	31		
700°C	LiFePO <sub>4</sub> (62/Pnma)	04-016-0416	93.3	1.31	23.98
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (R-3c)	01-089-0599	6.7		

Berdasarkan hasil pada tabel dapat terlihat bahwa komposisi LFP dengan struktur *olivine* terbanyak terbentuk pada temperatur kalsinasi 700°C sebesar 93.3 wt% dengan fasa impuritas hematit sebesar 6.7 wt%. Struktur-struktur yang terbentuk pada saat pemberian variasi temperatur kalsinasi pada kondisi inert akan memberikan pengaruh pada performa baterai yang dihasilkan oleh komposit katoda.

#### 4.2.2 Analisis Distribusi Ukuran partikel dengan Particle Size Analyzer (PSA)

Distribusi partikel setiap sampel pada temperatur kalsinasi 400 °C, 500°C, 600°C dan 700°C dianalisis dengan menggunakan alat *Particle Size Analyzer* (PSA). Berdasarkan hasil PSA diketahui bahwa distribusi partikel pada masing-masing sampel umumnya kurang homogen. Hal tersebut ditunjukkan pada Gambar 4.4



**Gambar 4.4** Distribusi ukuran partikel material komposit LFP/C yang telah dikalsinasi pada temperatur (a) 400 °C, (b) 500°C, (c) 600°C dan (d) 700°C

Berdasarkan hasil PSA diketahui terdapat dua puncak yang terbentuk pada masing-masing sampel. Pada Gambar 4.4 (a), (b), dan (c) dengan temperatur kalsinasi 400 °C, 500 °C, dan 600 °C masing-masing menunjukkan dua distribusi ukuran partikel, dengan ukuran 60nm-1 $\mu$ m dan 3-7 $\mu$ m. Pada Gambar 4.4 (d) dengan temperatur kalsinasi 700 °C puncak pertama berada pada kisaran 70nm-1 $\mu$ m sedangkan puncak kedua berada pada kisaran 3 $\mu$ m-7 $\mu$ m. Dua puncak yang muncul pada hasil PSA secara kualitatif menggambarkan adanya distribusi yang kurang homogen. Tingkat homogenitas partikel dapat pula dilihat berdasarkan aspek nilai standar deviasi yang diperoleh, dimana semakin kecil standart deviasi

maka semakin besar homogenitas suatu sampel. Pada Tabel 4.3 disajikan nilai standar deviasi masing-masing sampel.

**Tabel. 4.3** Standar deviasi dan *Z-average* sampel komposit LFP/C pada temperatur 400 °C, 500°C, 600°C dan 700°C

Material	Z-Average (nm)	St.Deviasi
LFP/C 400	251.7	173.9
LFP/C 500	236.5	113.2
LFP/C 600	298.9	163.9
LFP/C 700	301.9	221.2

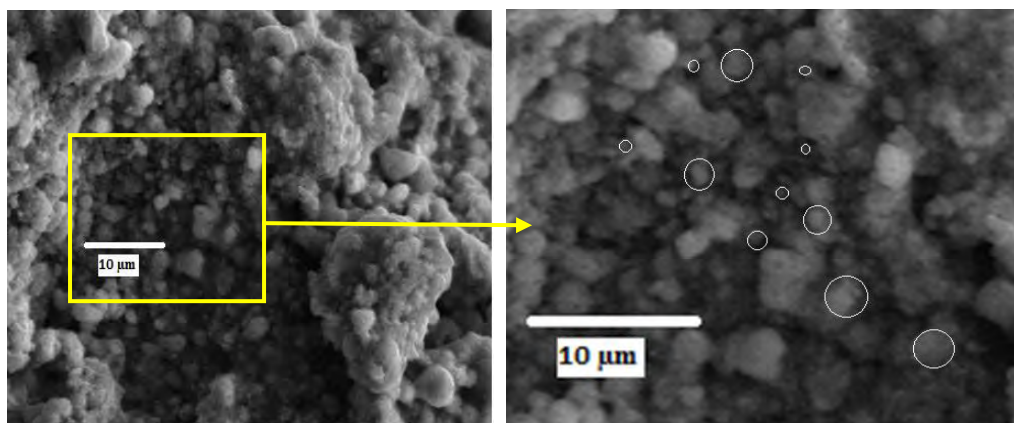
Berdasarkan tabel, dapat dilihat bahwa pada sampel LFP/C dengan temperatur kalsinasi 500°C memiliki ukuran rerata terkecil (236.5nm) dan homogenitas distribusi ukuran partikel paling baik diantara keempat sampel karena kecilnya nilai standar deviasi yang dimiliki.

Dari kedua aspek besaran partikel pada Tabel 4.3 dapat diketahui bahwa tidak ada keterkaitan antara kenaikan temperatur kalsinasi dengan kehomogenan partikel. Akan tetapi terdapat keterkaitan antara dimensi ukuran rerata partikel terhadap kenaikan temperatur kalsinasi, dimana ukuran partikel rata-rata cenderung meningkat seiring dengan kenaikan temperatur kalsinasi. Hal tersebut disebabkan adanya pembentukan kristalinitas fasa yang lebih stabil (*olivine*) atau akibat adanya aglomerasi selama proses kalsinasi.

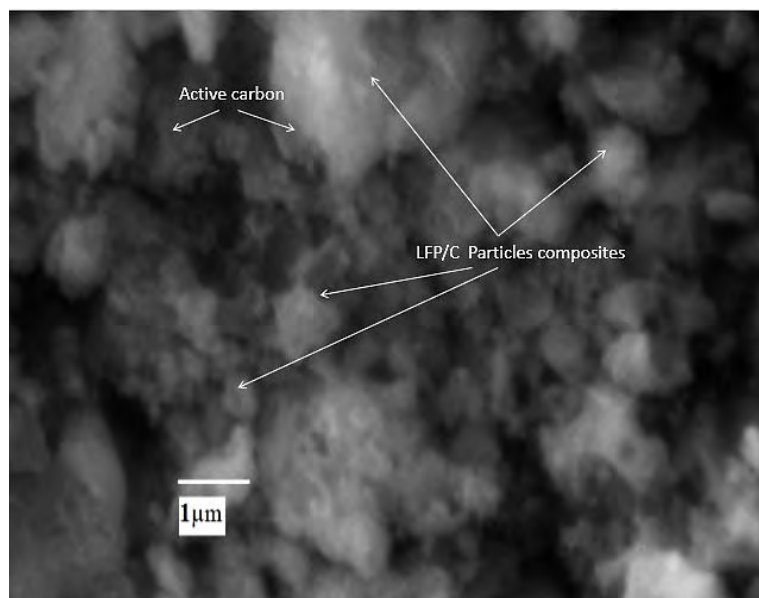
#### 4.2.4 Analisis Bentuk Morfologi dengan SEM-EDX

Performa katoda LFP/C sangat dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya terdapat pengaruh dari struktur kristal, dimensi partikel dan kehomogenan distribusi ukuran partikel. Pada prinsipnya pembuatan LFP/C merupakan gabungan dari material LFP dengan karbon aktif yang berperan sebagai material konduktif. Untuk mengetahui bentuk struktur morfologi pada partikel LFP dengan dan tanpa karbon dilakukan uji *Scanning Electron Microscope* (SEM). Sedangkan untuk mengetahui distribusi karbon pada sampel

LFP/C dilakukan uji *Energi Dispersive X-ray Spectroscopy* (EDX). Selanjutnya, distribusi ukuran partikel hasil SEM ditunjukkan pada Gambar 4.5.



(a)

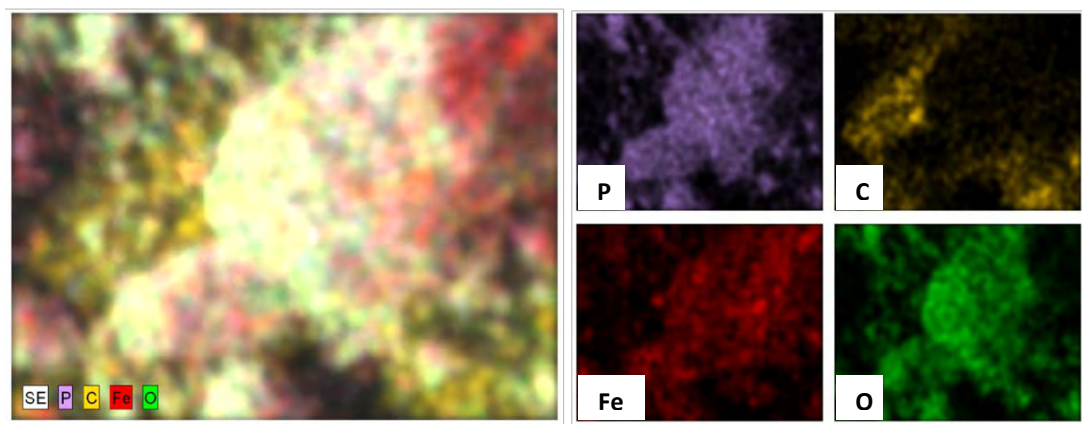


(b)

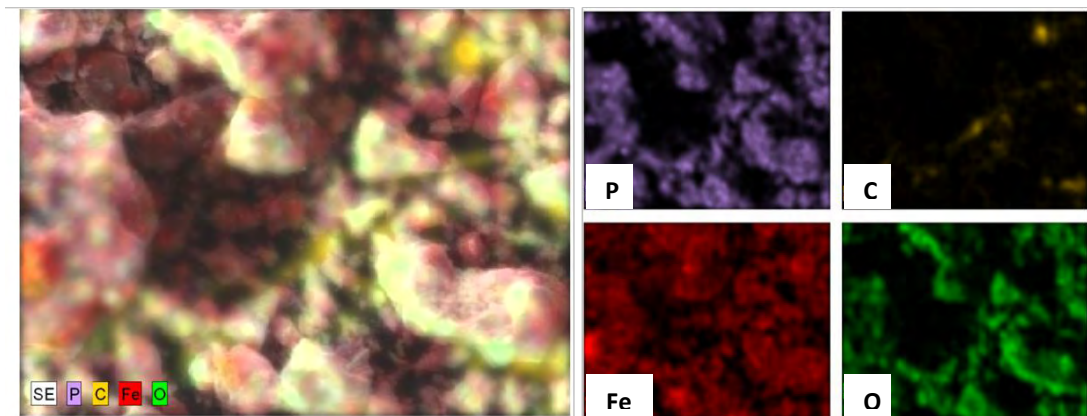
**Gambar 4.5** Morfologi partikel material komposit LFP/C (a) tanpa karbon aktif dan (b) dengan karbon aktif (asam sitrat) pada temperatur kalsinasi 500°C

Pada gambar menunjukkan morfologi partikel LFP tanpa dan setelah penambahan karbon aktif. Pada gambar (a) menunjukkan *range* ukuran partikel aglomerasi antara 0.1-1  $\mu\text{m}$ . Hal tersebut apabila dibandingkan dengan dengan gambar (b) yang sudah ditambahkan karbon aktif menunjukkan ukuran yang tidak jauh berbeda, namun pada sampel ini terlihat adanya *carbon network* yang membentuk warna blur abu-abu.

Selanjutnya, untuk mengetahui distribusi karbon pada material komposit LFP/C akan digunakan metode *mapping* yang ditunjukkan dengan pengujian EDX pada Gambar 4.6. Hasil *mapping* ini menunjukkan hasil distribusi karbon yang terbatas pada daerah *scanning*. Pada pengujian EDX sampel yang akan dibandingkan adalah sampel dengan temperatur kalsinasi 500°C dan 700°C. Hal ini dikarenakan pertimbangan dari hasil struktur yang dimiliki dan hasil pada performa baterai yang akan ditampilkan pada subbab selanjutnya.



(a)



(b)

**Gambar 4.6** Hasil *mapping* partikel material komposit LFP/C (a) Pada temperatur kalsinasi 500°C (b) pada temperatur kalsinasi 700°C

Pada gambar di atas, warna kuning mengindikasikan adanya kandungan elemen karbon, warna ungu menunjukkan kandungan P, warna merah adalah Fe dan warna hijau adalah O. Berdasarkan Gambar (a) dan (b) dapat dilihat bahwa distribusi penyebaran karbon yang ditunjukkan pada daerah tersebut, pada sampel

dengan temperatur kalsinasi 500°C memiliki penyebaran distribusi karbon yang lebih homogen dibandingkan dengan sampel 700°C. Hal ini ditunjukkan dengan meratanya warna kuning yang merujuk pada simbol warna untuk unsur C pada hasil *mapping*. Perbandingan jumlah komposisi elemen unsur yang mendetail pada masing-masing sampel yang telah di-*mapping* ditunjukkan pada Tabel 4.4

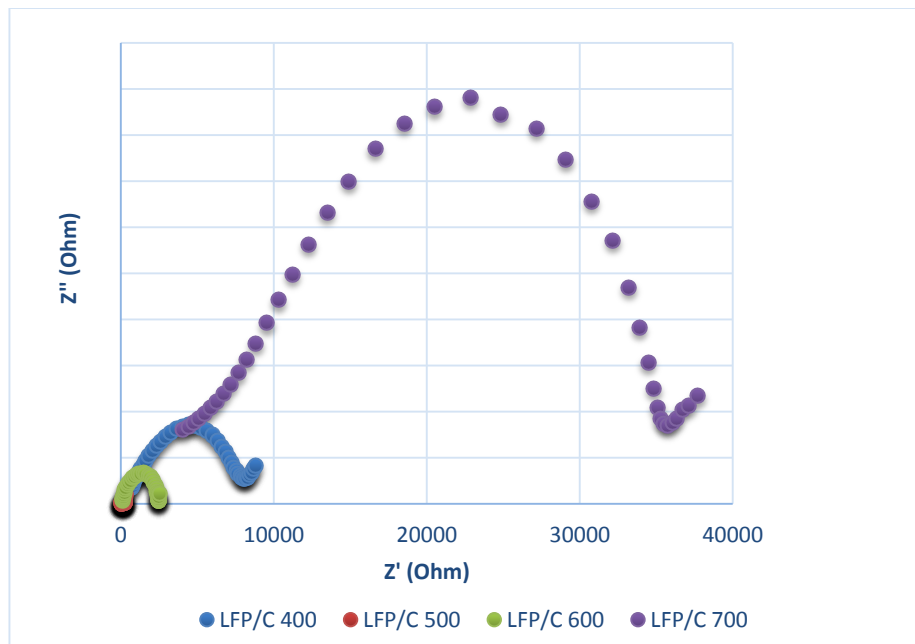
**Tabel. 4.4** Hasil spektrum komposisi unsur-unsur pada sampel komposit LFP/C pada temperatur 500°C dan 700°C

Temperatur	Unsur	Komposisi (at.%)
500	C	29.35
	P	57.73
	O	7.04
	Fe	5.89
700	C	9.32
	P	59.18
	O	13.60
	Fe	17.90

Pada hasil tabel ditunjukkan bahwa tingkat karbon pada daerah yang diamati dengan EDX untuk sampel pada temperatur kalsinasi 500 °C lebih tinggi jika dibandingkan dengan sampel pada temperatur kalsinasi 700 °C.

#### 4.3 Hasil Pengujian EIS pada Material Komposit Katoda LFP/C

Pengukuran nilai impedansi sampel yang telah diberikan variasi temperatur kalsinasi dilakukan dengan menggunakan *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS). Pengukuran EIS menggunakan signal AC kecil sebesar 20 mV dan tegangan bias DC lebih dari 3V agar dapat menghasilkan kurva yang dapat membentuk pola busur semi setengah lingkaran (Subhan, 2011). Rentang frekuensi yang digunakan adalah pada 0.1 Hz – 10 KHz. Kurva cole-cole hasil pengujian EIS dari keempat sampel dapat dilihat pada Gambar 4.7 berikut,



**Gambar 4.7** Kurva nilai impedansi keseluruhan material komposit LFP/C dengan variasi temperatur kalsinasi pada 400°C, 500°C, 600°C dan 700°C

Berdasarkan gambar dapat diketahui untuk sampel pada setiap variasi membentuk kurva *semicircle* tunggal. Keempat sampel memiliki diameter *semicircle* yang berbeda-beda. Besarnya diameter *semicircle* dari grafik tersebut menunjukkan nilai impedansi, semakin besar diameter maka nilai impedansi akan semakin tinggi dan sebaliknya. Nilai impedansi yang paling tinggi dimiliki oleh sampel 700°C sedangkan nilai impedansi paling rendah dimiliki oleh sampel 500°C.

Selain itu, berdasarkan tinggi puncak kurva *semicircle* dapat diketahui sifat kapasitif dari masing-masing sampel. Semakin tinggi puncak kurva *semicircle* maka semakin rendah sifat kapasitif yang dimiliki ( $1/j\omega C$ ). Oleh karena itu, dari kurva cole-cole di atas dapat diketahui material yang memiliki sifat kapasitif paling baik adalah sampel dengan temperatur kalsinasi 500°C. Sifat kapasitif berhubungan dengan kemampuan material untuk menyimpan ion Li dalam strukturnya. Selanjutnya, dengan menggunakan persamaan 3.1-3.4 akan diperoleh nilai konduktivitas yang ditunjukkan pada Tabel 4.5.

**Tabel 4.5** Grafik nilai konduktivitas material komposit LFP/C dengan variasi temperatur kalsinasi

Temperatur LFP/C	Hambatan Total ( $\Omega$ )	Permitivitas Total ( $\Omega$ )	Konduktivitas Total ( $10^{-6}$ S/cm)
400°C	9483	334954	155.57
500°C	322	11388	5676.53
600°C	2568	90706	781.34
700°C	41758	1474921	33.50

Berdasarkan tabel, diketahui bahwa sampel dengan nilai konduktivitas terbesar ditunjukkan oleh sampel 500°C dengan nilai konduktivitas  $5.676 \times 10^{-3}$  S.cm<sup>-1</sup>. Nilai ini lebih tinggi dibandingkan material LFP tanpa karbon yang memiliki nilai konduktivitas rendah ( $10^{-9}$  S.cm<sup>-1</sup>). Pada tabel terlihat adanya kecenderungan penurunan nilai konduktivitas seiring dengan meningkatnya temperatur kalsinasi.

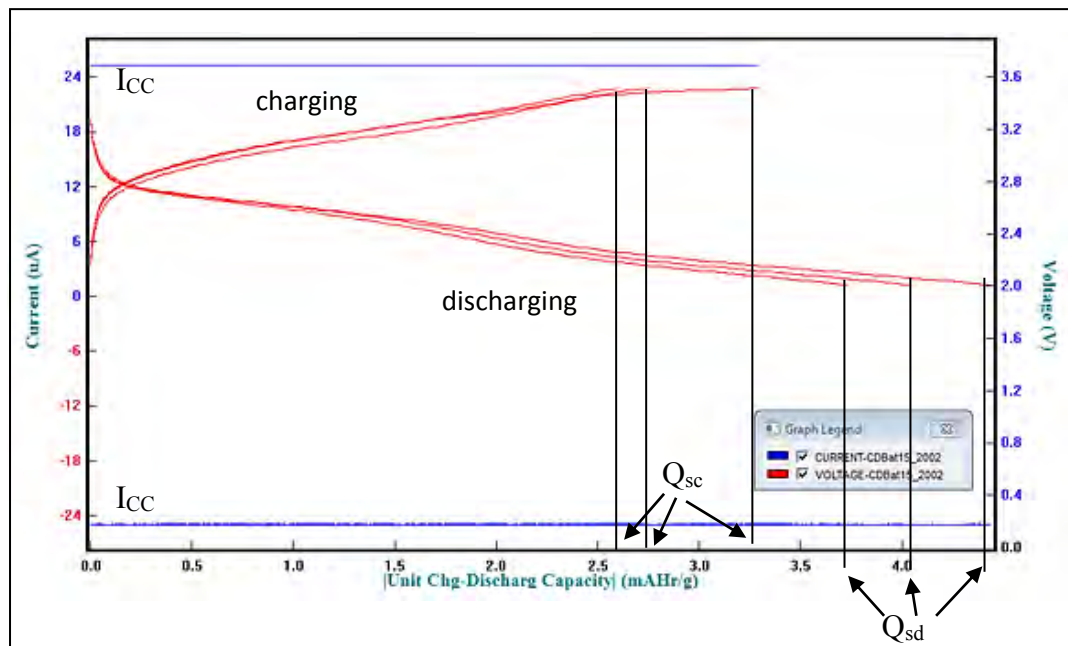
#### 4.4 Performa Katoda LFP/C berdasarkan Variasi Temperatur Kalsinasi

Material komposit katoda yang telah diberi perlakuan panas selanjutnya diuji performa baterai untuk mengetahui apakah material tersebut memiliki sifat sebagai material katoda atau tidak. Pengujian performa baterai yang akan dilakukan meliputi pengujian *charge-discharge* (CD) dan pengujian *cyclic voltametry* (CV) pada sel baterai.

##### 4.4.1 Analisis Charge-Discharge untuk Mengetahui Kapasitas Spesifik Material Katoda

Hasil data pengujian *Charge-Discharge* (CD) dapat digunakan untuk menentukan kapasitas muatan spesifik material ( $Q_s$ ) komposit katoda, dimana pengukuran menggunakan scan rate tipe *constant current* ( $I_{cc}$ ). Besarnya  $I_{cc}$  yang digunakan saat pengujian adalah sebesar 25  $\mu$ A dengan tegangan *cut off* ( $V_{co}$ ) sebesar 2V-3.5V. Besarnya kapasitas muatan spesifik dapat dilihat ketika baterai telah masuk dalam kondisi *discharge*. Contoh hasil dari pengujian CD pada salah satu sampel dapat diamati pada Gambar 4.8 (selengkapnya pada Lampiran D).





**Gambar 4.8** Grafik hasil *Charge/discharge* pada material komposit LFP/C dengan variasi temperatur kalsinasi pada 400 °C

Garis biru dan merah pada Gambar 4.8 merupakan garis simbol arus dan tegangan, dengan garis biru adalah scan rate arus ( $I_{cc}$ ) yang diberikan dari luar sedangkan garis merah adalah tegangan yang ditimbulkan oleh baterai. Pada Gambar 4.8 dapat diketahui bahwa pada sampel temperatur kalsinasi 400 °C nilai kapasitas muatan spesifik pada kondisi *discharging* ( $Q_{sd}$ ) mengalami penurunan pada *cycle* kedua dan ketiga. Untuk *cycle* pertama nilai  $Q_{sd}$  yang dihasilkan adalah 4.422 mAh/g dan mengalami penurunan pada *cycle* kedua menjadi 4.074 mAh/g sedangkan pada *cycle* ketiga berkurang kembali menjadi 3.7203 mAh/g. Selain itu, terlihat bahwa nilai  $Q_{sc}$  lebih kecil dibandingkan  $Q_{sd}$ . Hal ini mengindikasikan bahwa densitas energi yang dimiliki baterai lebih kecil dibandingkan densitas powernya. Selanjutnya, untuk membandingkan nilai kapasitas muatan spesifik yang dimiliki oleh keempat sampel dapat dilihat pada Tabel 4.6 berikut.

**Tabel. 4.6** Hasil Kapasitas spesifik sampel komposit LFP/C dengan variasi temperatur 400 °C, 500°C, 600°C dan 700°C

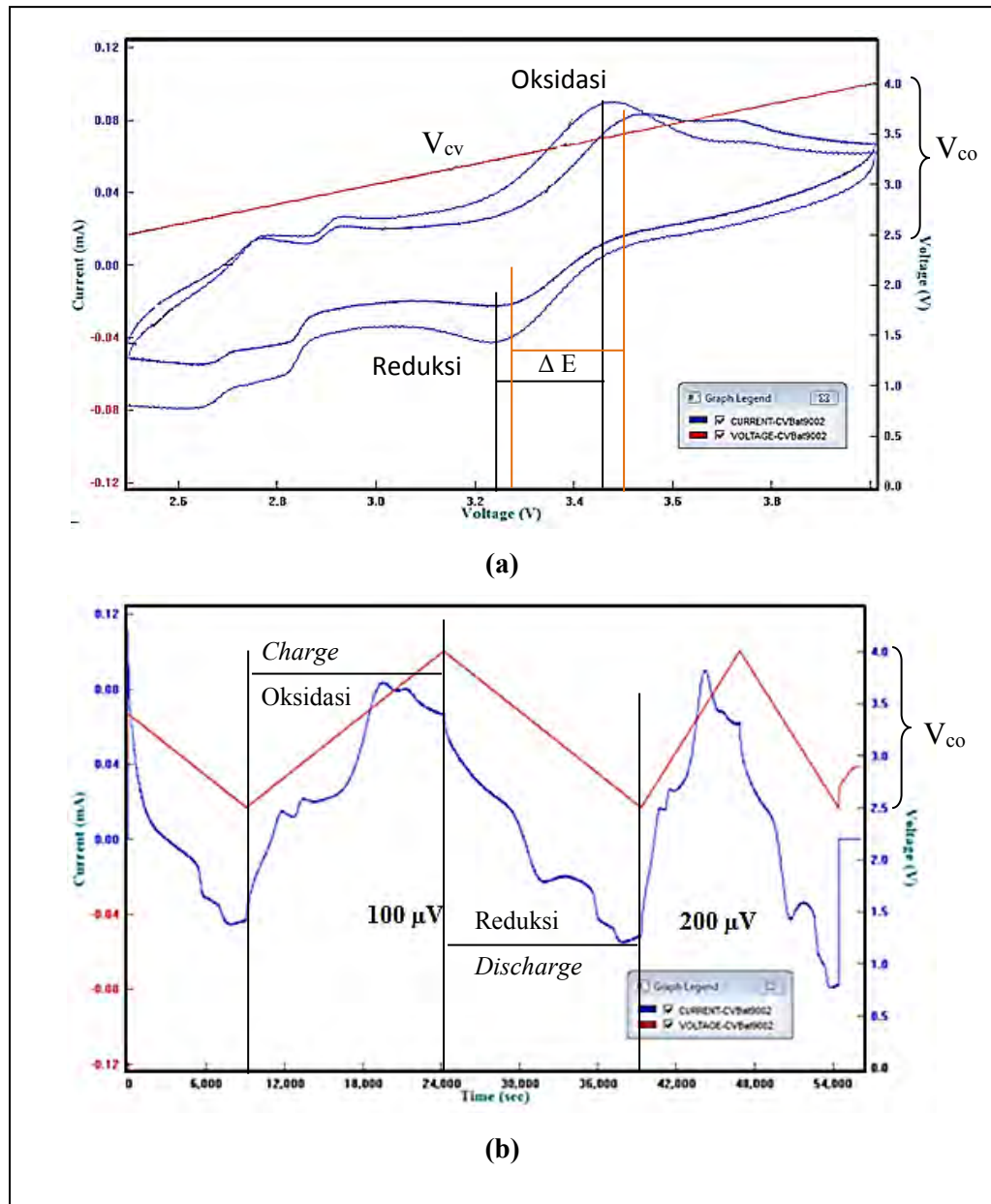
Suhu LFP/C	Tegangan Open Circuit ( $V_{ocv}$ )	ARUS KONSTAN ( $\mu A$ )	Kapasitas Spesifik		Rerata Discharge (mAh/g)
			$Q_{sc}$ (mAh/g)	$Q_{sd}$ (mAh/g)	
400	3.34	25	3.2822	4.422	4.072
			2.747	4.074	
			2.593	3.7203	
500	3.13	25	6.7153	7.196	31.019
			5.7197	74.845	
			8.7401	11.016	
600	3.35	25	9.543	12.203	6.795
			3.394	5.252	
			1.597	2.931	
700	3.08	25	$586.91 \times 10^{-3}$	3.1488	2.949
			$567.82 \times 10^{-3}$	2.9357	
			$561.77 \times 10^{-3}$	2.7637	

Berdasarkan informasi pada tabel di atas terlihat bahwa nilai  $V_{ocv}$  yang dimiliki oleh sampel berada pada rentang nilai standart potensial material elektroda baterai lithium yaitu sebesar 3.01 V dan potensial material LFP 3.45 V ( $Li/Li^+$ ). Hasil tabel menunjukkan nilai kapasitas muatan spesifik yang dihasilkan masih tergolong rendah, selain itu muncul pola penurunan yang terjadi hampir pada semua variasi sampel pada *cycle* kedua. Pada tabel mengindikasikan bahwa nilai  $Q_{sd}$  terbesar dimiliki oleh sampel 500 °C, dengan nilai  $Q_{sd}$  pada *cycle* pertama sebesar 7.196 mAh/g, meningkat menjadi 74.845 mAh/g pada *cycle* kedua, dan 11.016 mAh/g pada *cycle* ketiga.

#### 4.4.2 Pengujian Cyclic Voltametry untuk Mengetahui Working Voltage Material Katoda

Performa dari baterai di samping tergantung nilai besarnya muatan spesifik dari material katoda juga dipengaruhi oleh mekanisme oksidasi dan reduksi pada sel baterai. Selisih potensial yang diperoleh dari peristiwa oksidasi dan reduksi dapat mengindikasikan reversibilitas material baterai. Model pengujian redoks dari elemen baterai dapat menggunakan *Cyclic Voltammetry* (CV). Uji CV merupakan teknik elektrokimia yang digunakan untuk mengukur reaksi redoks, kinetik transfer elektron dan transisi fasa dari sel volta (hamid, 2013). Pengujian dilakukan dengan cara mengukur arus untuk setiap potensial

yang diberikan. Peningkatan arus puncak yang muncul mengindikasikan terjadinya reaksi oksidasi sedangkan reaksi reduksi terjadi ketika arus menurun. Scan rate tegangan ( $V_{cv}$ ) yang digunakan adalah  $100 \mu\text{Vs}^{-1}$  dan  $200 \mu\text{Vs}^{-1}$ , untuk tegangan *cut off* ( $V_{co}$ ) diseting pada rentang 2.5V-4V. Pola arus yang dihasilkan pada pengujian CV salah satu sampel sel baterai dapat dilihat pada Gambar.4.9.



**Gambar 4.9** Grafik CV material komposit LFP/C pada temperatur kalsinasi  $500^{\circ}\text{C}$  (a) terhadap tegangan (b) terhadap waktu

Berdasarkan gambar di atas, garis dengan warna merah merupakan scan rate tegangan yang diberikan dari luar dan garis biru merupakan arus yang dihasilkan baterai, sedangkan nilai tegangan pada sumbu-y di kanan grafik merupakan nilai  $V_{co}$ . Tegangan  $V_{co}$  untuk kondisi *charging* dimulai pada 2.5V dan berakhir pada 4V kemudian dilanjutkan dengan kondisi *discharging* dari 4V sampai kembali menjadi 2.5V. Pada gambar di atas muncul puncak oksidasi dan reduksi yang berasal dari kenaikan bilangan oksidasi ( $Fe^{2+}/Fe^{3+}$ ) dan penurunan bilangan oksidasi ( $Fe^{3+}/Fe^{2+}$ ) ketika dalam kondisi *charging/discharging*. Selanjutnya, untuk Gambar 4.9 (a) merupakan grafik CV terhadap tegangan pada baterai pada scan rate  $100 \mu Vs^{-1}$  dan  $200 \mu Vs^{-1}$ . Pola pertama dengan scan rate  $100 \mu Vs^{-1}$  diperoleh puncak oksidasi pada 3.49 V dan puncak reduksi pada 3.24 V dengan selisih tegangan ( $\Delta E$ ) 0.25 V. Untuk scan rate tegangan  $200 \mu Vs^{-1}$ , puncak oksidasi muncul pada 3.52 V dan puncak reduksi muncul pada 3.29 V dengan selisih tegangan 0.23 V.

Pada Gambar 4.9 (b) merupakan grafik CV terhadap waktu. Dari gambar terlihat bahwa lama waktu yang dibutuhkan untuk menyelesaikan satu siklus proses *charging/discharging* pada scan rate tegangan  $100 \mu Vs^{-1}$  lebih lama dibandingkan dengan scan rate  $200 \mu Vs^{-1}$ . Waktu yang dibutuhkan untuk menyelesaikan proses *discharging* pada scan rate tegangan  $100 \mu Vs^{-1}$  kurang-lebih 4 jam, sedangkan pada scan rate tegangan  $200 \mu Vs^{-1}$  hanya membutuhkan waktu sekitar 2 jam untuk menyelesaikan proses *discharging*. Hasil uji CV pada keempat sampel dapat dilihat pada Tabel 4.7 (Lampiran D).

**Tabel. 4.7** Hasil Pengujian CV sampel komposit LFP/C dengan variasi temperatur 400 °C, 500°C, 600°C dan 700°C

Suhu LFP/C	Scan Rate Tegangan ( $\mu Vs^{-1}$ )	Puncak		Selisih Potensial ( $\Delta E$ )	Waktu Discharge ( $\pm$ jam)
		Oksidasi (Volt)	Reduksi (Volt)		
400	100	-	-	-	2.77
	200	-	-	-	1.52
500	100	3.49	3.24	0.25	4.16
	200	3.52	3.29	0.23	2.08
600	100	-	3.10	-	2.77
	200	-	3.15	-	1.52
700	100	3.52	3.09	0.43	8.33
	200	3.50	3.10	0.40	4.16

#### 4.5 Pembahasan

Bahan dasar utama dalam penelitian ini menggunakan batuan besi Tanah Laut Kalimantan yang direduksi hingga menjadi serbuk dengan kandungan Fe sebesar 95.83 %. Peningkatan unsur Fe terjadi setelah dilakukan separasi magnet dan pencucian menggunakan *Ultrasonic Cleaner*, sebesar 98.02 %. Serbuk yang telah dicuci memiliki kandungan unsur Fe lebih tinggi akibat menurunnya komposisi elemen impuritas Si, Ca, dan Cu. Senyawa Fe yang terdapat pada pasir besi memiliki kandungan fasa *magnetite* ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.2. Pola puncak-puncak difraksi menunjukkan bahwa hanya terdapat satu jenis fasa yang terbentuk. Material  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ini selanjutnya digunakan sebagai bahan dasar sumber ion Fe dalam pembuatan komposit LFP/C.

Sintesis komposit LFP/C dilakukan menggunakan metode *solid state reaction* dengan variasi pada temperatur kalsinasi pada kondisi inert. Perlakuan gas inert pada proses kalsinasi diberikan untuk menghindari peristiwa oksidasi  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$  yang tidak diinginkan. Analisis identifikasi fasa dilakukan pada keempat sampel seperti yang terlihat pada Tabel 4.2. Pola hasil difraksi menunjukkan lebih dari satu fasa terbentuk untuk tiap variasi kalsinasi. Pada temperatur 400°C, sampai dengan 700°C terdapat fasa impuritas  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan fasa metastabil LFP ( $\text{Li}_2\text{FeP}_2\text{O}_7$ ). Adanya fasa metastabil pada 400°C diasumsikan bahwa pada temperatur tersebut masih berada pada rentang transisi awal pembentukan LFP. Sedangkan fasa metastabil yang muncul pada 600°C dikarenakan temperatur tersebut merupakan temperatur terbentuknya fasa  $\text{Li}_2\text{FeP}_2\text{O}_7$  (Tan dkk, 2015) sehingga kemungkinan terbentuknya  $\text{Li}_2\text{FeP}_2\text{O}_7$  sebagai fasa impuritas cukup tinggi. Untuk impuritas  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang muncul pada temperatur 400°C, 500°C, dan 700°C dimungkinkan akibat timbulnya reaksi oksidasi sebagai berikut.



Reaksi oksidasi yang tidak diharapkan ini kemungkinan diakibatkan oleh masih adanya oksigen yang terbawa aliran gas atau akibat oksigen yang terperangkap (*trapping*) pada rongga-rongga partikel prekursor. Berdasarkan informasi pada tabel, diketahui bahwa komposisi fasa *olivine* tertinggi terbentuk pada sampel dengan temperatur kalsinasi 700°C sebesar 93.3 wt% dengan impuritas  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sebesar 6.7 wt%. Hal ini sesuai dengan temperatur pembentukan LFP yang pernah

dilakukan pada penelitian sebelumnya (Zhang dkk, 2012). Struktur-struktur yang terbentuk pada saat pemberian variasi temperatur kalsinasi pada kondisi inert akan memberikan pengaruh pada performa baterai yang dihasilkan oleh komposit katoda. Hal ini dikarenakan, masing-masing jenis fasa LFP memiliki struktur kristal yang berbeda sehingga tingkat kapasitas penyimpanan ion Li yang dihasilkan tidak akan sama.

Analisis selanjutnya mengkaji mengenai ukuran rerata dan distribusi ukuran partikel komposit LFP/C seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.3. Pada tabel ditemukan adanya korelasi kesebandingan antara ukuran rerata partikel dengan kenaikan temperatur kalsinasi. Hal tersebut disebabkan adanya pembentukan kristalinitas fasa yang lebih stabil (*olivine*) atau akibat adanya aglomerasi selama proses kalsinasi. Namun demikian, tidak ditemukan korelasi antara distribusi ukuran partikel dengan kenaikan temperatur. Tingkat homogenitas distribusi ukuran partikel didasarkan pada nilai standar deviasi yang diperoleh pada pengujian PSA dengan metode setengah lebar puncak. Ukuran rerata terkecil sebesar 236.5 nm dan distribusi ukuran partikel yang lebih homogen dimiliki oleh sampel pada temperatur kalsinasi 500°C. Dimensi ukuran partikel yang kecil dan distribusi ukuran yang homogen dari material komposit katoda akan memberikan pengaruh pada performa baterai yang dihasilkan. Semakin kecil ukuran dimensi partikel maka akan memperpendek jalur difusi ion Li serta memperluas spesifik kontak area antar partikel, sehingga akan meningkatkan transfer muatan saat interkalasi dan deinterkalasi.

Performa baterai yang dihasilkan oleh komposit katoda LFP/C, selain dipengaruhi struktur material katoda juga dipengaruhi oleh konduktivitas. Oleh karena itu, dilakukan pengujian EIS untuk mengetahui nilai konduktivitas yang dimiliki sampel. Hasil uji EIS pada Gambar 4.7 menunjukkan nilai impedansi terkecil dimiliki sampel 500°C sebesar 322  $\Omega$ . Nilai impedansi yang diperoleh adalah nilai tahanan polarisasi ( $R_p$ ) yang berhubungan dengan karakteristik dari *bulk* material yang bersifat ohmik dan tahanan larutan ( $R_s$ ) yang berhubungan dengan karakteristik kualitatif *grain boundary* yang bersifat kapasitif (Subhan, 2011). Berdasarkan Gambar 4.7 diketahui bahwa pada sampel dengan temperatur kalsinasi 500°C memiliki tahanan polarisasi yang paling kecil dibandingkan

dengan sampel lainnya. Nilai polarisasi yang kecil akan memberikan pengaruh yang baik pada performa baterai khususnya pada saat transfer muatan antar elektroda. Selanjutnya, dari nilai impedansi dapat ditentukan besarnya nilai konduktivitas seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.5. Berdasarkan informasi pada tabel terlihat adanya kecenderungan penurunan nilai konduktivitas seiring dengan meningkatnya temperatur kalsinasi. Hal ini diakibatkan peningkatan temperatur kalsinasi menyebabkan ukuran partikel membesar serta memungkinkan adanya aglomerasi mengakibatkan jarak difusi (*diffusi length*) bertambah sehingga konduktivitasnya menurun. Nilai konduktivitas tertinggi dimiliki oleh sampel 500°C sebesar  $5.67 \times 10^{-3} \text{ S.cm}^{-1}$ , sedangkan konduktivitas terendah dimiliki oleh sampel 700°C sebesar  $3.35 \times 10^{-5} \text{ S.cm}^{-1}$ .

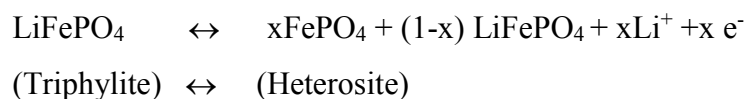
Selanjutnya, mengkaji mengenai performa baterai yang dihasilkan oleh material komposit katoda LFP/C. Pengujian performa baterai meliputi pengujian *charge-discharge* (CD) dan pengujian *cyclic voltametry* (CV) pada sel baterai. Pengujian CD digunakan untuk melihat berapa nilai kapasitas muatan spesifik ( $Q_s$ ) pada sampel LFP/C. Pola hasil dari pengujian CD, salah satu contohnya dapat dilihat pada Gambar 4.8 dan untuk nilai  $Q_s$  dari keempat sampel dapat dilihat pada Tabel 4.6. Kapasitas spesifik yang dimiliki oleh material komposit katoda ditinjau pada saat proses *discharging*, karena pada kondisi ini terjadi proses deinterkalasi dimana ion-ion Li bergerak kembali dari anoda menuju katoda sampai tercapai kesetimbangan muatan dalam baterai. Seperti penjelasan sebelumnya yang menyatakan bahwa besarnya performa baterai tidak hanya bergantung pada struktur fasa material tetapi juga dipengaruhi juga oleh beberapa hal, salah satunya adalah tingkat konduktivitas. Hal ini menjelaskan alasan kenapa besar  $Q_{sd}$  yang dimiliki sampel pada temperatur 500°C bisa lebih tinggi dibandingkan temperatur 700°C yang memiliki komposisi struktur fasa *olivine* lebih banyak. Pada Tabel 4.6 diketahui nilai rerata  $Q_{sd}$  pada sampel 500°C sebesar 31.109 mAh/g sedangkan rerata  $Q_{sd}$  pada sampel 700°C sebesar 2.949 mAh/g. Meskipun sampel LFP/C 700°C memiliki komposisi struktur *olivine* terbanyak, namun nilai konduktivitas yang dimiliki sampel ini lebih rendah dibandingkan sampel lainnya. Selain itu, ukuran rerata partikel dan distribusi ukuran partikel yang dimiliki sampel 700°C lebih besar dan lebih tidak homogen dibandingkan

keempat sampel lainnya. Hal ini menyebabkan kecilnya kapasitas muatan spesifik yang dihasilkan.

Selain beberapa faktor di atas, performa baterai juga ditentukan dari parameter hasil pengujian CD dan CV, dimana nilai-nilai tersebut tergantung dari scan rate arus dan tegangan yang digunakan. Scan rate arus yang sesuai dengan struktur dan komposisi material aktif yang digunakan akan menghasilkan kapasitas muatan spesifik yang lebih valid dan lebih stabil pada tiap *cycle*. Selain itu, rentang nilai kapasitas spesifik yang besar pada tiap *cycle* ketika *discharging* dapat diakibatkan oleh hambatan ohmik yang tinggi dan banyaknya komposisi impuritas yang terbentuk sehingga dapat menghambat difusi ion Li saat interkalasi dan deinterkalasi. Berdasarkan informasi pada Tabel 4.6 menunjukkan nilai kapasitas muatan spesifik yang dihasilkan secara keseluruhan masih tergolong rendah, selain itu muncul pola penurunan yang terjadi hampir pada semua variasi sample pada *cycle* kedua. Hal tersebut terjadi diakibatkan oleh beberapa faktor, antara lain adalah:

a) Faktor Struktur

Komposisi struktur yang memiliki fasa  $\text{LiFePO}_4$  (*olivine*) dengan struktur orthorombik memiliki sifat reversible (Goodenough, 2007) dan stabil pada kondisi interkalasi dan deinterkalasi.



Struktur LFP memiliki volume kristal hampir sama dengan  $\text{FePO}_4$ , sehingga perubahan volume yang terjadi tidak terlalu signifikan yaitu sebesar  $291 \text{ \AA}^3$ - $272 \text{ \AA}^3$  (Hamid, 2013). Struktur yang tidak stabil dapat menyebabkan degradasi *volumetric* pada saat transfer muatan yang berimbas pada kapasitas yang semakin mengecil akibat struktur yang tidak dapat kembali seperti semula (tidak reversibel).

b) Faktor distribusi dan ukuran rerata partikel

Ukuran partikel yang terlalu besar atau adanya aglomerasi dapat memperlebar jarak difusi (*difusi length*) sehingga mempengaruhi pergerakan ion Li saat transfer muatan pada proses *charging-discharging*. Sebaliknya, partikel yang berukuran kecil atau nano dapat meningkatkan *surface contact*



*area* sehingga dapat mempercepat reaksi interkalasi ion Li (Zhu, 2013). Selain itu, distribusi ukuran partikel yang merata dapat mencegah terjadinya kemampatan pada saat proses interkalasi dan deinterkalasi.

c) Faktor distribusi karbon

Distribusi karbon yang merata akan meningkatkan nilai konduktivitas elektronik material komposit katoda LFP/C. Karbon aktif yang terbentuk akan membantu difusi ion Li pada saat transfer muatan pada saat interkalasi-deinterkalasi (Park dkk, 2010).

d) Faktor Polarisasi

Pada baterai terjadi proses konversi energi dari energi kimia menjadi energi listrik. Perubahan energi tersebut tidak dapat mencapai efisiensi 100% karena pada proses *discharging* terjadi proses polarisasi. Polarisasi ini mengkonsumsi energi baterai dan menghasilkan panas (Triwibowo, 2011).

Uji performa baterai selanjutnya adalah pengujian redoks dari elemen baterai dengan menggunakan *Cyclic Voltammetry* (CV). Hasil dari uji CV dapat dilihat pada Gambar 4.9 dan Tabel 4.7. Berdasarkan tabel terlihat bahwa tidak semua sampel memunculkan *peak* oksidasi dan reduksi. Hal ini diasumsikan akibat penentuan scan rate tegangan  $100 \mu\text{Vs}^{-1}$  dan  $200 \mu\text{Vs}^{-1}$  yang digunakan kurang sesuai untuk beberapa komposisi sampel seperti pada sampel  $400^\circ\text{C}$  dan  $600^\circ\text{C}$ . Puncak redoks muncul hanya pada sampel  $500^\circ\text{C}$  dan  $700^\circ\text{C}$ . Sampel dengan temperatur kalsinasi  $500^\circ\text{C}$  memiliki puncak oksidasi yang muncul pada 3.49 V dan puncak reduksi pada 3.24 V dengan selisih tegangan sebesar 0.25 V pada scan rate  $100 \mu\text{Vs}^{-1}$ . Sedangkan untuk scan rate  $200 \mu\text{Vs}^{-1}$ , puncak oksidasi muncul pada 3.53 V dan puncak reduksi pada 3.29 V dengan selisih tegangan 0.23 V. Sedangkan untuk sampel  $700^\circ\text{C}$  puncak oksidasi muncul pada 3.52 V dan puncak reduksi muncul pada 3.09 V dengan selisih tegangan 0.43 V dengan scan rate arus  $100 \mu\text{Vs}^{-1}$ , selanjutnya saat scan rate tegangan dinaikkan menjadi  $200 \mu\text{Vs}^{-1}$ , puncak oksidasi muncul pada 3.5 V dan puncak reduksi muncul pada 3.1 V dengan selisih tegangan 0.4 V. Selisih potensial tegangan ( $\Delta E$ ) secara kualitatif menentukan tingkat reversibilitas dan kinetik ion Li saat transfer muatan. Nilai  $\Delta E$  yang semakin kecil mengindikasikan reversibilitas yang lebih baik dan *kinetic* transfer ion yang tinggi saat interkalasi dan deinterkalasi.

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

## BAB V

### KESIMPULAN

#### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, diperoleh beberapa kesimpulan, antara lain:

1. Material *Lithium Ferro Phospat Carbon Composite* (LFP/C) telah berhasil dibuat dengan menggunakan metode *Solid-state reaction* menggunakan *High Energy Ball Milling* dan kalsinasi pada kondisi inert.
2. Identifikasi fasa yang terbentuk menggunakan pengujian *X-ray Diffractometer* (XRD) dan dianalisis menggunakan *software* PDXL. Fasa *olivine* dari LFP memiliki persen komposisi paling tinggi pada temperatur kalsinasi 700°C dengan fasa *olivine* sebesar 93.3 %wt dan impuritas berupa fasa hematit sebesar 6.7 %wt.
3. Nilai konduktivitas LFP/C paling tinggi ditunjukkan oleh sampel dengan temperatur kalsinasi 500°C dengan nilai konduktivitas total sebesar  $5.676 \cdot 10^{-3} \text{ S.cm}^{-1}$ . Performa baterai yang paling baik dimiliki oleh sampel yang sama, dengan nilai kapasitas muatan spesifik rata-rata sebesar 31.019 mAh/g serta diperoleh puncak oksidasi pada 3.49 V dan puncak reduksi 3.29 V dengan selisih tegangan redox sebesar 0.25 V pada scan rate tegangan  $100 \mu\text{Vs}^{-1}$ .

#### 5.2 Saran

Beberapa saran untuk penelitian selanjutnya adalah sebagai berikut:

1. Pemberian perlakuan panas pada material sebaiknya dilakukan melalui dua tahap yaitu, prekalsinasi untuk proses karbonisasi dan kalsinasi pada temperatur pembentukkan LFP untuk meminimalisir impuritas.
2. Diperlukan pengujian TEM untuk mengetahui lebih detail bentuk dari *coating* karbon pada LFP/C.
3. Preparasi proses pencampuran *salary* pada sel baterai perlu dilakukan dengan lebih cermat, serta penting untuk memilih scan rate arus dan tegangan yang sesuai dengan karakter dan komposisi material yang akan diuji sehingga dapat diperoleh performa baterai yang lebih baik dan valid.

## DAFTAR PUSTAKA

- Andersson, S., Kalska, B., JoÈnsson, J., Lennart, R., Thomas, O., 2000. The magnetic structure and properties of rhombohedral  $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ . *Journal Material Chemistry* 10, 2542-2547.
- Basu, B and Balani, K. 2011. *Advanced Structural Ceramic*. Wiley., New York.
- Buchmann, I., 2001. *Batteries in A portable World*, cadex electronics Inc.
- Cheruvally, G., 2008. *A Promising Cathode Active Material for Lithium Secondary Batteries*. Trans Tech Publications Ltd, Switzerland.
- Chew, S.Y., Patey, T.Y., Waser, O., Ng, S.H., Buchel, R., Tricoli, A., Krumeich, F., Wang, J., 2008. Thin Nanostuctured  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$  Film by Flame Spray Deposition an In Situ Annealing Method. *J. Power Sources* 189, 449–453.
- Choi, D., Kumta, P.N., 2007. Surfactant based sol gel approach to nanostructured  $\text{LiFePO}_4$  for high rate Li ion batteries. *J. Power Sources* 163, 1064–1069.
- Du, J., et al., 2014. Template free Synthesis of Porous  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  Nanocomposite for High Power Lihitium-ion Batteries. *Electrochimica Acta* 123, 1-6.
- Goodenough, J.B., Kim, Y., 2011. Challenges for rechargeable batteries. *J. Power Sources* 196, 6688–6694.
- Hamid, N.A., Wennig, S., Hardt, S., Heinzl, A., Schulz, C., Wiggers, H., 2012. High-capacity Cathodes for Lithium-ion Batteries from Nanostructured  $\text{LiFePO}_4$  Synthesized by Highly-flexible and Scalable Flame Spray Pyrolysis. *Journal of Power Sources* 216,76 – 83.
- Hamid, N.A., 2013. *Cathode Materials Produced by Spray Flame Synthesis for Lithium Ion Batteries*. Universitat Duisburg, Essen.
- Kazuhiko, M., Yutaka, I., Kazuya, K., Brewer, D., Eduardo, J., 2013. The Gradient Distribution Of Ni Ions In Cation-Disordered  $\text{Li}[\text{Ni}_{1/2}\text{Mn}_{3/2}]\text{O}_4$  Clarified By Muon-Spin Rotation And Relaxation. *J. R. Soc. Chem.*
- Kong, B.L., Zhang, P., Liu, C.M., 2012. Fabrication of Promising  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  Composite with a Core-shell Structure by a Moderate in situ Carbothermal Reduction Method. *J. Electrochimica Acta* 70, 19–24.

- Li, M., Xie, K., Li, D. and Pan Y., 2005. Synthesis of  $\text{LiFePO}_4$  by One-step Annealing under The Vacuum Condition. *Journal of Material Science* 40, 2639-2641.
- Linden, D., Reddy, T.B. 2002. *Handbook of Batteries*. New-York: McGraw-Hill.
- Liu, H., Zhao, W., 2010. Synthesis of  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  by Solid-liquid Reaction Milling Method. *J. Powder Technol.* 197, 309–313.
- Malvern Instruments Limited.2012. A Basic Guide to Particle Characterization. Tersedia di [www.malvern.com](http://www.malvern.com) [diakses 26-10-2014].
- Masquelier, C., Padhi, A., Nanjundaswamy, Goodenough, J., 1998. New Cathode Materials For Rechargeable Lithium Batteries : The 3-D Framework Structures  $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{XO}_4)_3$ . *J. Solid State Chem.* 135, 228–234.
- Padhi, A.K., Nanjundaswamy,S., Goodenough, J.B., 2002. Phospo Olivine as Positive-electrode Materials for Rechargeable Lithium Batteries. *Journal electrochemical* 144, 1188-1194.
- Park, M., Zhanga, X., Chunga, M., Less, G.B., Sastry, A.M., 2010. A review of Conduction Phenomena in Li-ion Batteries. *J. Power Sources* 195, 7904–7929.
- Pratapa, S.,O'Connor, B. H. & Hunter, B. 2002, 'A comparative study of single-line and Rietveld strain-size evaluation procedures using  $\text{MgO}$  ceramics', *J. Appl. Cryst.*, vol. 35, pp. 155-162.
- Ritchie, A.G., 2001. Recent Development and Future Prospects For Lithium Rechargeable Batteries. *J. Power Sources* 96, 1–4.
- Rietveld, H. M. 1969. A Profile Refinement Method For Nuclear and Magnetic Structures. *J. Appl. Cryst.* 2, 65-71.
- Subhan, A., 2011. Fabrikasi dan Karakterisaasi  $\text{Li}_4\text{T}_5\text{O}_{12}$  untuk Bahan Anoda Baterai Lithium Keramik. Departemen Teknik Metalurgi dan Material Universitas Indonesia, Jakarta.
- Tan, L., Zhang, S., Deng, C., 2015. Fast lithium intercalation chemistry of the hierarchically porous  $\text{Li}_2\text{FeP}_2\text{O}_7/\text{C}$  composite prepared by an iron-reduction method. *J. Power Sources* 275, 6–13.
- Triwibowo, J., 2011. Rekayasa Bahan  $\text{Li}_x\text{TiMnyFez}(\text{PO})_4$  sebagai Katoda Solid Polimer Battery (SPB) Lithium. Departemen Teknik Metalurgi dan Material Universitas Indonesia, Jakarta.

- Tropacki, H.A.K., Ji, L., Zhang, X., 2010. Fabrication and Elektrochemical Characteristic of  $\text{LiFePO}_4$  Powders for Lithium-Ion Batteries. *J. Powder Part.* 28, 311–318.
- Zhang, Y., Huo, Q., Du, P., Wang, L., Zhang, A., Song, Y., 2012. Advances in New Cathode Material  $\text{LiFePO}_4$  for Lithium Ion Batteries. *Synth. Met.* 162, 1315–1326.
- Zhou, W., He, W., Li, Z., Zhao, H., Yan, S., 2009. Biosynthesis and electrochemical characteristics of  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  by microwave processing. *Journal of Solid State Electrochemistry* 13, 1819-1823.
- Zhu, C., 2013. Size Effects on Lithium Storage and Phase Transition in  $\text{LiFePO}_4/\text{FePO}_4$  System. Thesis, Department of Max Planck Institute for Solid State Research Stuttgart, Stuttgart.
- Zhu, M.Y., Tang, S., Shi, H., Hub, H., 2013. Synthesis of  $\text{FePO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  for Fabricating Submicrometer Structured  $\text{LiFePO}_4/\text{C}$  by a Co-precipitation Method. *Ceram. Int.* 40, 2685–2690.

*“Halaman sengaja dikosongkan”*

## LAMPIRAN A

### A. Hasil *X-ray Fluorence* (XRF) Serbuk batu besi Tanah Laut Kalimantan

#### a. Sebelum Ekstraksi

Compoud	Si	Ca	V	Cr	Mn	Fe	Cu	Br	Rb	La
Conc Unit (%)	2.6	0.13	0.03	0.098	0.13	95.83	0.17	0.48	0.59	0.1

#### b. Setelah Ekstraksi

Compoud	Si	Ca	V	Cr	Mn	Fe	Cu	Br
Conc Unit (%)	1	0.1	0.03	0.097	0.13	98.02	0.14	0.55

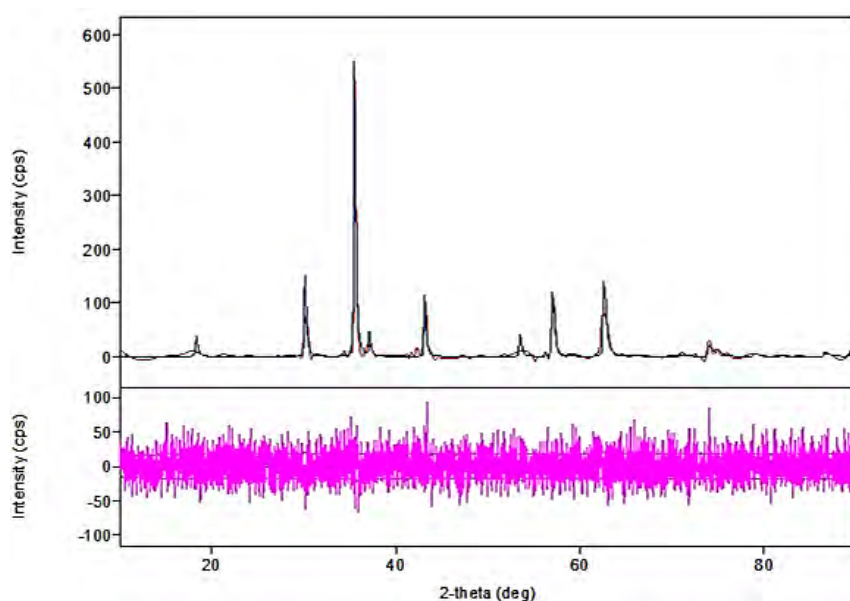


(a)



(b)

### B. Hasil Rifinement dari *X-ray Diffractometer* (XRD) dari serbuk batu besi Tanah laut Kalimantan yang telah di ekstraksi



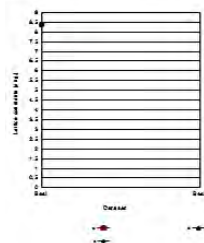


## Lattice constants

### Angular correction

### Analysis results

Data set name	a(Å)	b(Å)	c(Å)	alpha(deg)	beta(deg)	gamma(deg)	
Besi	8.3956(15)	8.3956(15)	8.3956(15)	90.000000	90.000000	90.000000	
Phase name	a(Å)	b(Å)	c(Å)	alpha(deg)	beta(deg)	gamma(deg)	V(Å³)
magnetite_syn	8.3956(15)	8.3956(15)	8.3956(15)	90.000000	90.000000	90.000000	591.78(18)



## Crystal structure analysis results

### Indexing

Phase name	Formula	Figure of merit	Phase ref. detail	DB card number
magnetite_syn	Fe3 O4	0.395	ICDD (PDF-4+ 2013 RDB)	04-015-3102

### Quantitative analysis results

Phase name	Content(%)
magnetite_syn	100.0(19)

### Lattice information

Phase name	a(Å)	b(Å)	c(Å)	alpha(deg)	beta(deg)	gamma(deg)	V(Å³)
magnetite, <i>syn</i>	8.3956(15)	8.3956(15)	8.3956(15)	90.000000	90.000000	90.000000	591.78(18)
Phase name	Space group	Z	Z'	Calc. density(g/cm³)			
magnetite, <i>syn</i>	227 : Fd-3m,choice-2	8	0.042	5.201			

### Structure determination

### Refinement

Measurement range: 10.0114-89.9917 deg. Refinement range: 10.0114-89.9917 deg (1.09 Å)

Number of refined parameters: 21

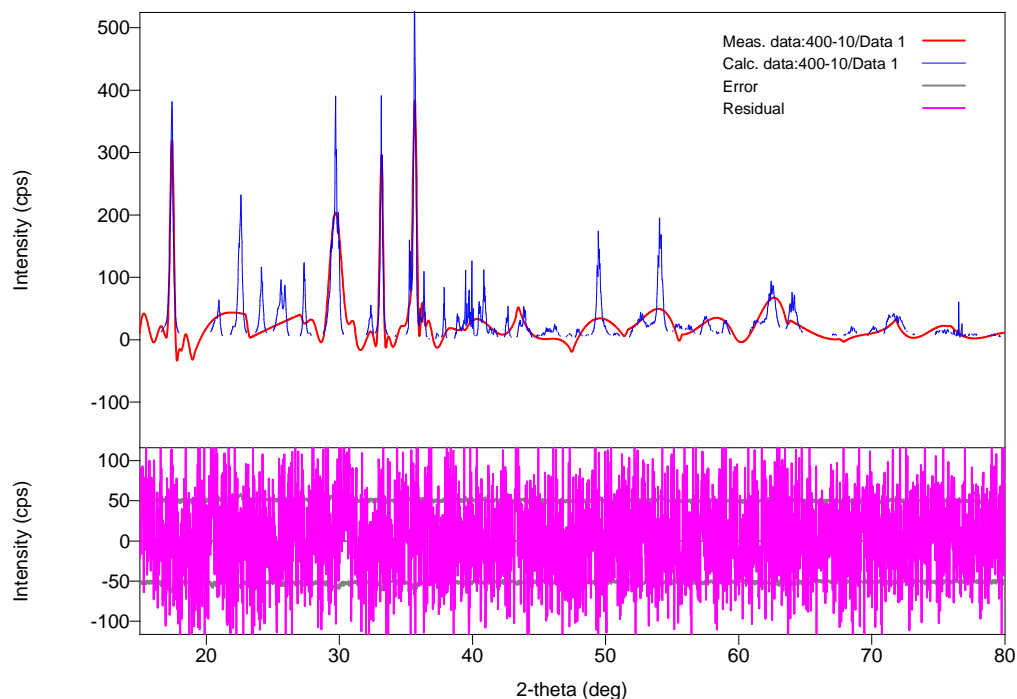
Phase name	Atomic coords	# of indep. reflns
magnetite_syn	Fractional coords	21

Rwp = 5.96% S = 1.0843

## LAMPIRAN B

### Hasil R refinement dari *X-ray Diffractometer* (XRD) dari Material Komposit LFP/C pada Tiap Variasi Temperatur Kalsinasi

#### A. Hasil PDXL LFP/C-400



#### Qualitative analysis results

Phase name	Formula	Figure of merit	Phase ref. detail	DB card number
<a href="#">Triphylite</a>	Li Fe ( P O <sub>4</sub> )	1.615	ICDD (PDF-4+ 2013 RDB)	00-040-1499
Lithium Iron Phosphate	Li Fe ( P <sub>2</sub> O <sub>7</sub> )	1.045	ICDD (PDF-4+ 2013 RDB)	04-011-6388
Hematite, <a href="#">syn</a>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.135	ICDD (PDF-4+ 2013 RDB)	00-033-0664

Phase name	Formula	Space group	Phase ref. detail	DB card number
<a href="#">Triphylite</a>	Li Fe ( P O <sub>4</sub> )	62 : <a href="#">Pnma</a>	ICDD (PDF-4+ 2013	00-040-1499
Lithium Iron Phosphate	Li Fe ( P <sub>2</sub> O <sub>7</sub> )	4 : P1211, unique-b	ICDD (PDF-4+ 2013	04-011-6388
Hematite, <a href="#">syn</a>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	167 : R-3c, hexagonal	ICDD (PDF-4+ 2013	00-033-0664

#### Lattice constants

##### Angular correction

##### Analysis results

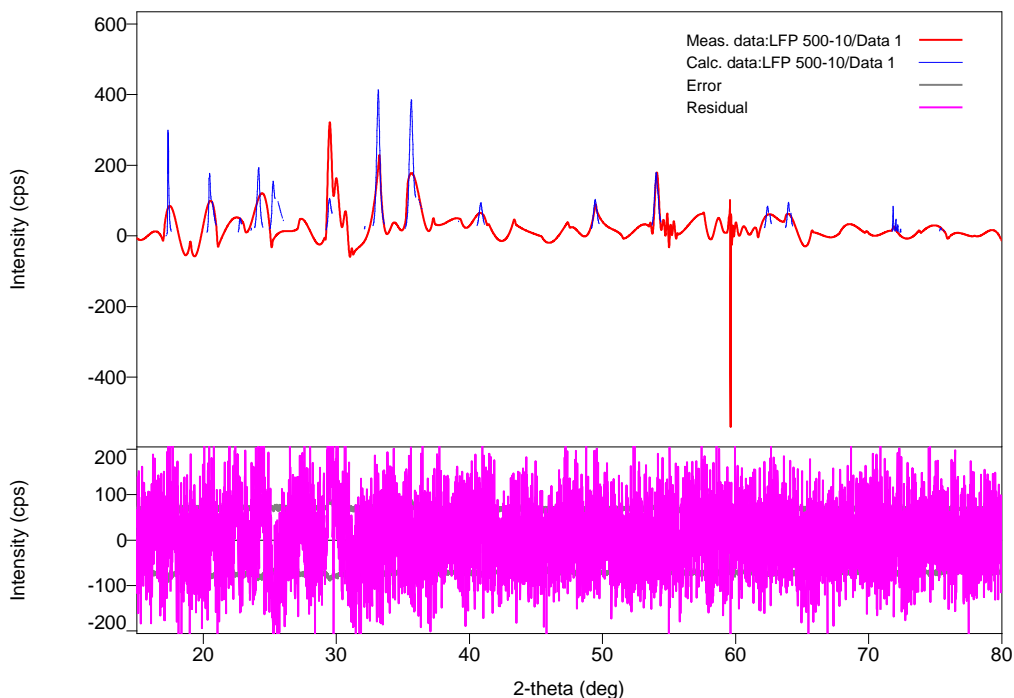
Data set name	a(A)	b(A)	c(A)	alpha(deg)	beta(deg)	gamma(deg)
400-10	10.314(3)	6.078(2)	4.6459(13)	90.000000	90.000000	90.000000
400-10	4.815(3)	8.0735(10)	6.945(4)	90.000000	109.43(3)	90.000000
400-10	5.0352(16)	5.0352(16)	13.762(5)	90.000000	90.000000	120.000000

Phase name	a(A)	b(A)	c(A)	alpha(deg)	beta(deg)	gamma(deg)	V(A <sup>3</sup> )
<a href="#">Triphylite</a>	10.314(3)	6.078(2)	4.6459(13)	90.000000	90.000000	90.000000	291.26(16)
Lithium Iron	4.815(3)	8.0735(10)	6.945(4)	90.000000	109.43(3)	90.000000	254.6(2)
Hematite, <a href="#">syn</a>	5.0352(16)	5.0352(16)	13.762(5)	90.000000	90.000000	120.000000	302.16(17)

Crystal structure analysis results							
Indexing							
Phase name	Formula	Figure of merit	Phase reg. detail	DB card number			
Triphylite	Li Fe ( P O4 )	1.615	ICDD (PDF-4+ 2013 RDB)	00-040-1499			
Lithium Iron Phosphate	Li Fe ( P2 O7 )	1.045	ICDD (PDF-4+ 2013 RDB)	04-011-6388			
Hematite, syn.	Fe2 O3	1.135	ICDD (PDF-4+ 2013 RDB)	00-033-0864			
Quantitative analysis results							
	Phase name	Content(%)					
-	Triphylite	31(3)					
-	Lithium Iron Phosphate	48(3)					
-	Hematite, syn.	21(2)					
Lattice information							
Phase name	a(Å)	b(Å)	c(Å)	alpha(deg)	beta(deg)	gamma(deg)	V(Å <sup>3</sup> )
Triphylite	10.314(3)	6.078(2)	4.6459(13)	90.000000	90.000000	90.000000	291.26(16)
Lithium Iron	4.815(3)	8.0735(10)	6.945(4)	90.000000	109.43(3)	90.000000	254.6(2)
Hematite, syn.	5.0352(16)	5.0352(16)	13.762(5)	90.000000	90.000000	120.000000	302.16(17)
Phase name	Space group	Z	Z'	Calc. density(g/cm <sup>3</sup> )			
Triphylite	62 : Pnma	4	0.500	3.597			
Lithium Iron Phosphate	4 : P1211,unique-b	2	1.000	3.087			
Hematite, syn.	167 : R-3c,hexagonal	6	0.167	5.277			
Structure determination							
Refinement							
Number of refined parameters: 47							
Phase name	Atomic coords	# of indep. reflns					
Triphylite	Fractional coords	100					
Lithium Iron Phosphate	Fractional coords	168					
Hematite, syn.	Fractional coords	23					
Rwp = 6.90%    S = 1.0665							

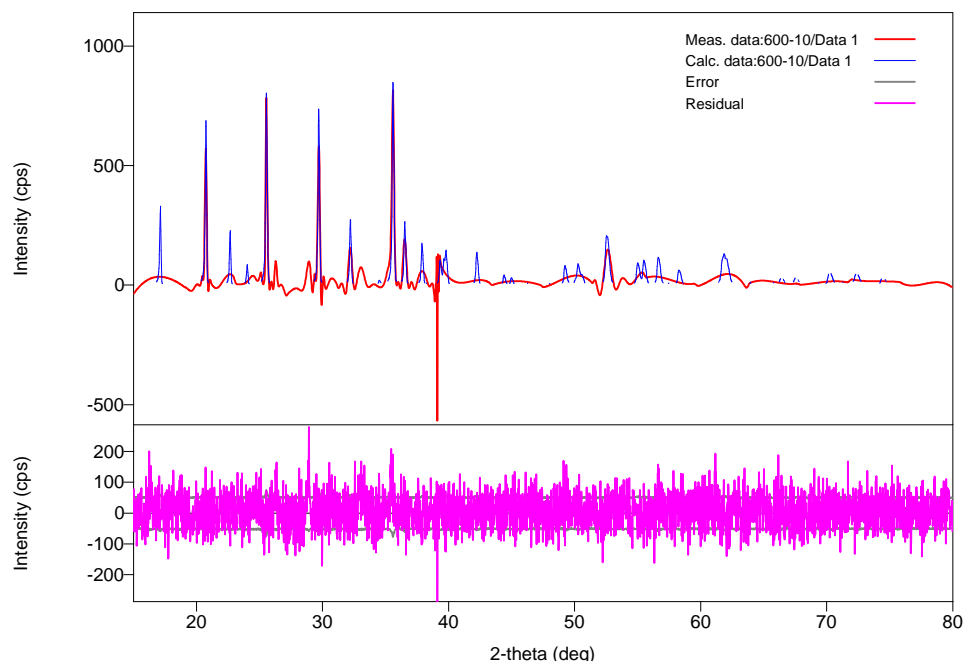
## B. Hasil PDXL LFP/C-500



Qualitative analysis results				
Phase name	Formula	Figure of merit	Phase reg. detail	DB card number
Trochylite, syn.	Li Fe ( P O4 )	1.730	ICDD (PDF-4+ 2013 RDB)	04-015-7065
Hematite, syn.	Fe2 O3	2.982	ICDD (PDF-4+ 2013 RDB)	01-080-5409
Phase name	Formula	Space group	Phase reg. detail	DB card number
Trochylite, syn.	Li Fe ( P O4 )	62 : Pnma	ICDD (PDF-4+ 2013 RDB)	04-015-7065
Hematite, syn.	Fe2 O3	167 : R-3c,hexagonal	ICDD (PDF-4+ 2013 RDB)	01-080-5409

Lattice constants							
Angular correction							
Analysis results							
Data set name	a(Å)	b(Å)	c(Å)	alpha(deg)	beta(deg)	gamma(deg)	
LFP 500-10	10.245(19)	6.074(11)	4.804(9)	90.000000	90.000000	90.000000	
LFP 500-10	5.040(3)	5.040(3)	13.774(6)	90.000000	90.000000	120.000000	
Phase name	a(Å)	b(Å)	c(Å)	alpha(deg)	beta(deg)	gamma(deg)	V(Å³)
Triphyllite, syn	10.245(19)	6.074(11)	4.804(9)	90.000000	90.000000	90.000000	299.0(9)
Hematite, syn	5.040(3)	5.040(3)	13.774(6)	90.000000	90.000000	120.000000	303.0(3)
Crystal structure analysis results							
Indexing							
Phase name	Formula	Figure of merit	Phase ref. detail	DB card number			
Triphyllite, syn	LiFe ( P O4 )	1.730	ICDD (PDF-4+ 2013 RDB)	04-015-7085			
Hematite, syn	Fe2 O3	2.982	ICDD (PDF-4+ 2013 RDB)	01-080-5406			
Quantitative analysis results							
		Phase name	Content(%)				
		Triphyllite, syn	62(5)				
		Hematite, syn	38(5)				
Lattice information							
Phase name	a(Å)	b(Å)	c(Å)	alpha(deg)	beta(deg)	gamma(deg)	V(Å³)
Triphyllite, syn	10.245(19)	6.074(11)	4.804(9)	90.000000	90.000000	90.000000	299.0(9)
Hematite, syn	5.040(3)	5.040(3)	13.774(6)	90.000000	90.000000	120.000000	303.0(3)
Phase name	Space group	Z	Z'	Calc. density(g/cm³)			
Triphyllite, syn	62 : P6mm	4	0.500	3.584			
Hematite, syn	167 : R-3c, hexagonal	6	0.167	5.546			
Structure determination							
Refinement							
Number of refined parameters: 42							
Phase name	Atomic coords		# of indep. rellns				
Triphyllite, syn	Fractional coords		101				
Hematite, syn	Fractional coords		21				
Rwp = 10.58%    S = 1.1374							

C. Hasil PDXL LFP/C-600



### Qualitative analysis results

Phase name	Formula	Figure of merit	Phase ref. detail	DB card number
Lithium Iron Phosphate	Li Fe ( P O4 )	0.503	ICDD (PDF-4+ 2013 RDB)	01-080-6319
Lithium Iron Phosphate	Li2 Fe ( P2 O7 )	1.116	ICDD (PDF-4+ 2013 RDB)	04-017-3008

Phase name	Formula	Space group	Phase ref. detail	DB card number
Lithium Iron Phosphate	Li Fe ( P O4 )	62 : <i>Pnma</i>	ICDD (PDF-4+ 2013	01-080-6319
Lithium Iron Phosphate	Li2 Fe ( P2 O7 )	14 : P121/c1,unique-b,cell-1	ICDD (PDF-4+ 2013	04-017-3008

### Lattice constants

#### Angular correction

#### Analysis results

Data set name	a(A)	b(A)	c(A)	alpha(deg)	beta(deg)	gamma(deg)
C6	10.319(4)	6.002(3)	4.692(2)	90.000000	90.000000	90.000000
C6	11.019(13)	9.753(11)	9.809(11)	90.000000	101.70(5)	90.000000

Phase name	a(A)	b(A)	c(A)	alpha(deg)	beta(deg)	gamma(deg)	V(A^3)
Lithium Iron	10.319(4)	6.002(3)	4.692(2)	90.000000	90.000000	90.000000	290.6(2)
Lithium Iron	11.019(13)	9.753(11)	9.809(11)	90.000000	101.70(5)	90.000000	1032(2)

### Crystal structure analysis results

#### Indexing

Phase name	Formula	Figure of merit	Phase ref. detail	DB card number
Lithium Iron Phosphate	Li Fe ( P O4 )	0.503	ICDD (PDF-4+ 2013 RDB)	01-080-6319
Lithium Iron Phosphate	Li2 Fe ( P2 O7 )	1.116	ICDD (PDF-4+ 2013 RDB)	04-017-3008

#### Quantitative analysis results

Phase name	Content(%)
Lithium Iron Phosphate	69.1(15)
Lithium Iron Phosphate	31(2)

#### Lattice information

Phase name	a(A)	b(A)	c(A)	alpha(deg)	beta(deg)	gamma(deg)	V(A^3)
Lithium Iron	10.319(4)	6.002(3)	4.692(2)	90.000000	90.000000	90.000000	290.6(2)
Lithium Iron	11.019(13)	9.753(11)	9.809(11)	90.000000	101.70(5)	90.000000	1032(2)

Phase name	Space group	Z	Z'	Calc. density(g/cm^3)
Lithium Iron Phosphate	62 : <i>Pnma</i>	4	0.500	3.589
Lithium Iron Phosphate	14 : P121/c1,unique-b,cell-1	8	2.000	3.105

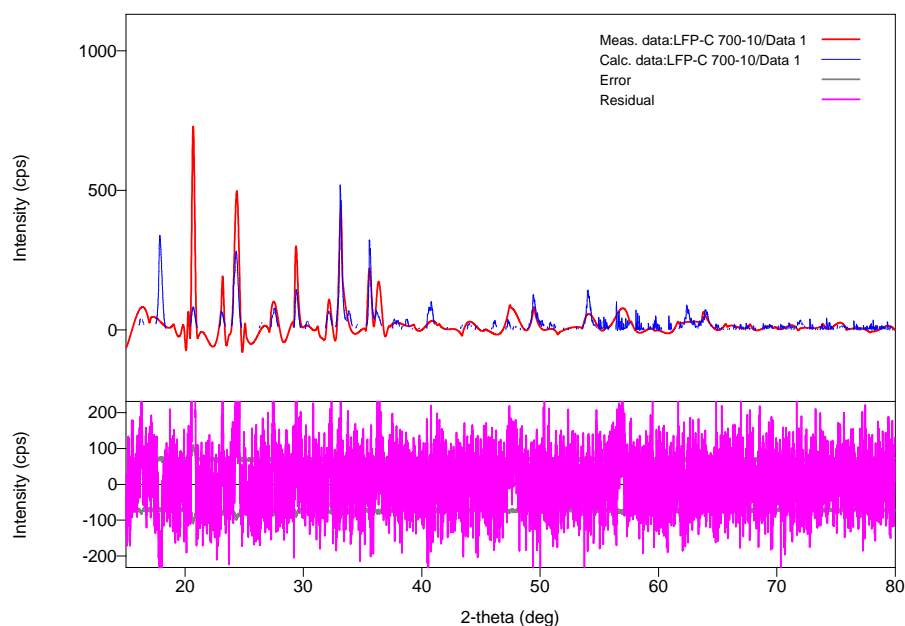
#### Structure determination

#### Refinement

Number of refined parameters: 41		
Phase name	Atomic coords	# of indep. refins
Lithium Iron Phosphate	Fractional coords	43
Lithium Iron Phosphate	Fractional coords	297

Rwp = 28.01% S = 1.2975

## D. Hasil PDXL LFP/C-700



### Qualitative analysis results

Phase name	Formula	Figure of merit	Phase ref. detail	DB card number
Lithium Iron Phosphate	Li Fe ( P O <sub>4</sub> )	0.336	ICDD (PDF-4+ 2014 RDB)	04-016-0416
Hematite, <i>syn</i>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.712	ICDD (PDF-4+ 2014 RDB)	01-089-0599

Phase name	Formula	Space group	Phase ref. detail	DB card number
Lithium Iron Phosphate	Li Fe ( P O <sub>4</sub> )	62 : <i>Pnma</i>	ICDD (PDF-4+ 2014	04-016-0416
Hematite, <i>syn</i>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	167 : R-3c, hexagonal	ICDD (PDF-4+ 2014	01-089-0599

### Lattice constants

Angular correction

### Analysis results

Data set name	a(Å)	b(Å)	c(Å)	alpha(deg)	beta(deg)	gamma(deg)
C7_2	10.308(2)	5.9989(12)	4.6928(10)	90.000000	90.000000	90.000000
C7_2	5.0287(17)	5.0287(17)	13.787(6)	90.000000	90.000000	120.000000

Phase name	a(Å)	b(Å)	c(Å)	alpha(deg)	beta(deg)	gamma(deg)	V(Å <sup>3</sup> )
Lithium Iron	10.308(2)	5.9989(12)	4.6928(10)	90.000000	90.000000	90.000000	290.19(10)
Hematite, <i>syn</i>	5.0287(17)	5.0287(17)	13.787(6)	90.000000	90.000000	120.000000	301.9(2)

### Crystal structure analysis results

#### Indexing

Phase name	Formula	Figure of merit	Phase ref. detail	DB card number
Lithium Iron Phosphate	Li Fe ( P O <sub>4</sub> )	0.336	ICDD (PDF-4+ 2014 RDB)	04-016-0416
Hematite, <i>syn</i>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.712	ICDD (PDF-4+ 2014 RDB)	01-089-0599

### Quantitative analysis results

Phase name	Content(%)
Lithium Iron Phosphate	93.3(11)
Hematite, <i>syn</i>	6.7(11)

### Lattice information

Phase name	a(Å)	b(Å)	c(Å)	alpha(deg)	beta(deg)	gamma(deg)	V(Å <sup>3</sup> )
Lithium Iron	10.308(2)	5.9989(12)	4.6928(10)	90.000000	90.000000	90.000000	290.19(10)
Hematite, <i>syn</i>	5.0287(17)	5.0287(17)	13.787(6)	90.000000	90.000000	120.000000	301.9(2)

Phase name	Space group	Z	Z'	Calc. density(g/cm <sup>3</sup> )
Lithium Iron Phosphate	62 : <i>Pnma</i>	4	0.500	3.612
Hematite, <i>syn</i>	167 : R-3c, hexagonal	6	0.167	5.285

### Structure determination

### Refinement

Number of refined parameters: 43		
Phase name	Atomic coords	# of indep. reflos
Lithium Iron Phosphate	Fractional coords	48
Hematite, <i>syn</i>	Fractional coords	11

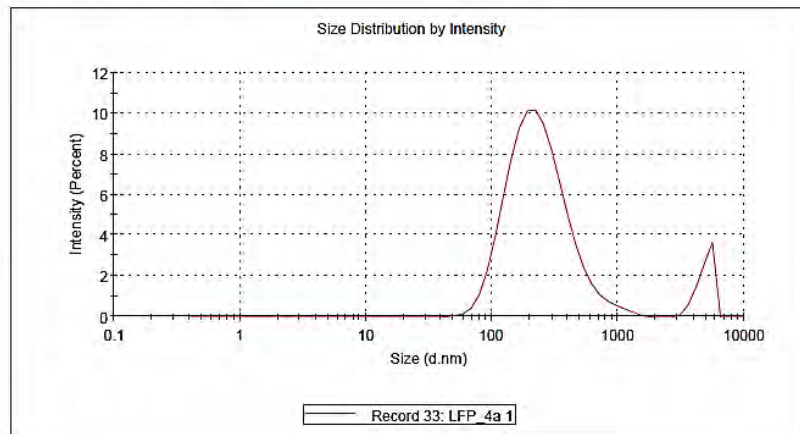
R<sub>wp</sub> = 23.98%    S = 1.3116

## LAMPIRAN C

### Hasil Pengujian *Particle Size Analyzer* (PSA)

#### Results

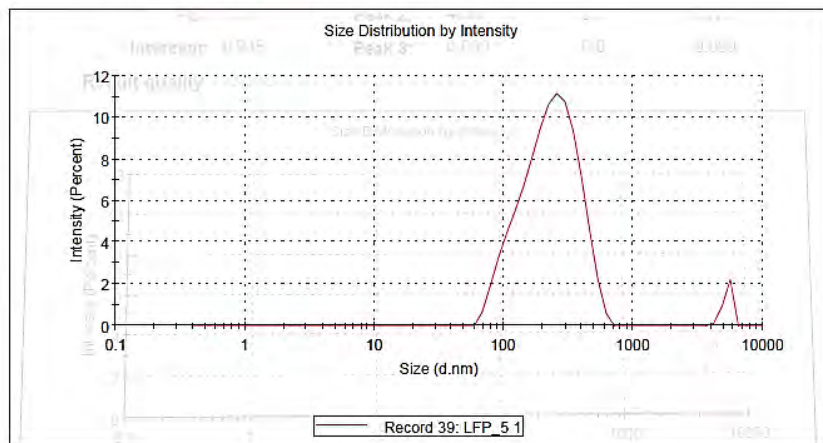
	Size (d.nm...	% Intensity:	St Dev (d.n...
<b>Z-Average (d.nm):</b> 251.7	<b>Peak 1:</b> 265.0	91.5	173.9
<b>Pdl:</b> 0.388	<b>Peak 2:</b> 4899	8.5	681.1
<b>Intercept:</b> 0.945	<b>Peak 3:</b> 0.000	0.0	0.000
<b>Result quality</b> Good			



(LFP/C-400)

#### Results

	Size (d.nm...	% Intensity:	St Dev (d.n...
<b>Z-Average (d.nm):</b> 236.5	<b>Peak 1:</b> 245.8	96.7	113.2
<b>Pdl:</b> 0.315	<b>Peak 2:</b> 5282	3.3	417.9
<b>Intercept:</b> 0.919	<b>Peak 3:</b> 0.000	0.0	0.000
<b>Result quality</b> Good			

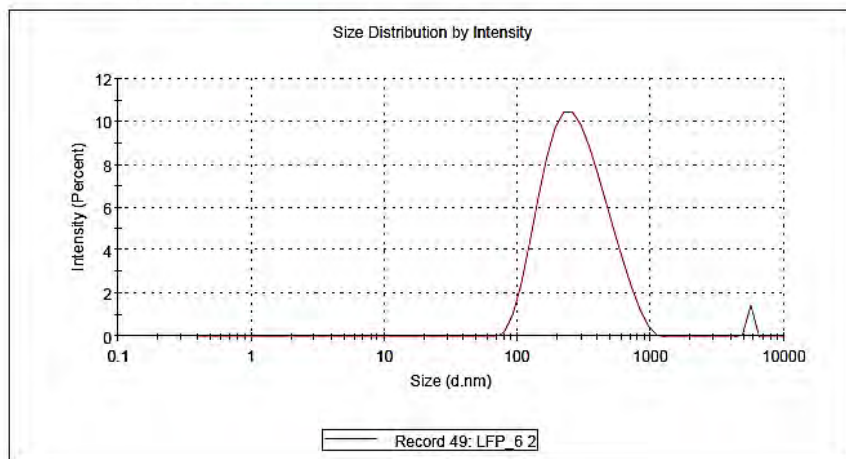


(LFP/C-500)



## Results

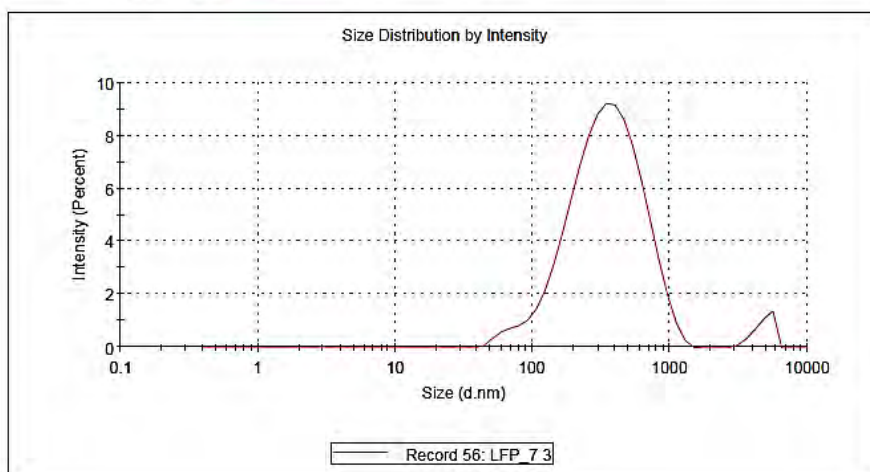
	Size (d.nm...	% Intensity:	St Dev (d.n...
<b>Z-Average (d.nm):</b> 298.9	<b>Peak 1:</b> 302.0	98.4	163.9
<b>Pdl:</b> 0.381	<b>Peak 2:</b> 5520	1.6	168.8
<b>Intercept:</b> 0.925	<b>Peak 3:</b> 0.000	0.0	0.000
<b>Result quality</b> Good			



(LFP/C-600)

## Results

	Size (d.nm...	% Intensity:	St Dev (d.n...
<b>Z-Average (d.nm):</b> 301.9	<b>Peak 1:</b> 386.4	96.3	221.2
<b>Pdl:</b> 0.340	<b>Peak 2:</b> 4792	3.7	729.7
<b>Intercept:</b> 0.853	<b>Peak 3:</b> 0.000	0.0	0.000
<b>Result quality</b> Good			



(LFP/C-700)

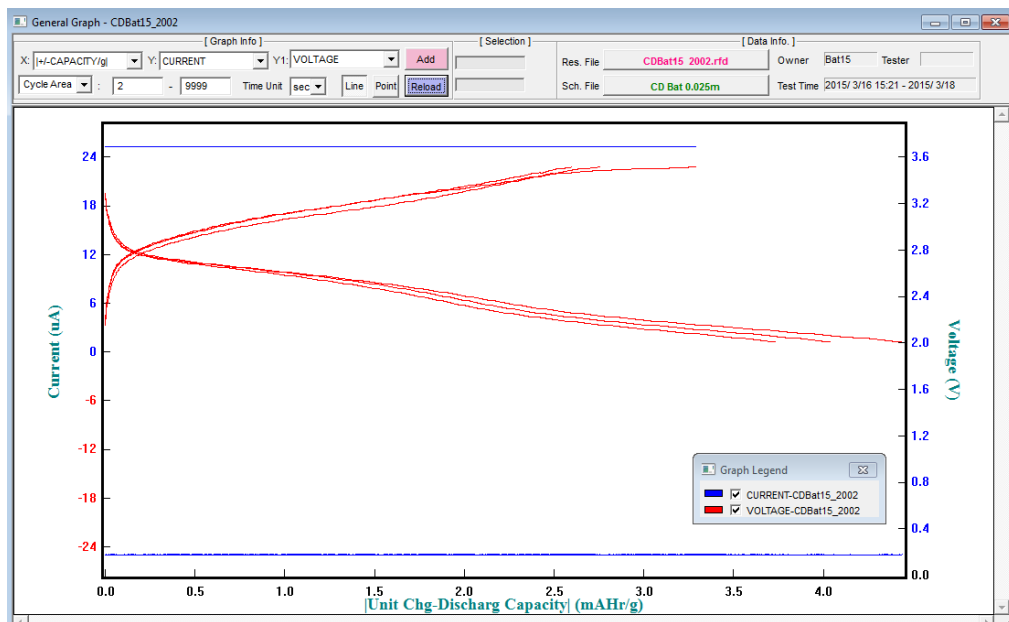
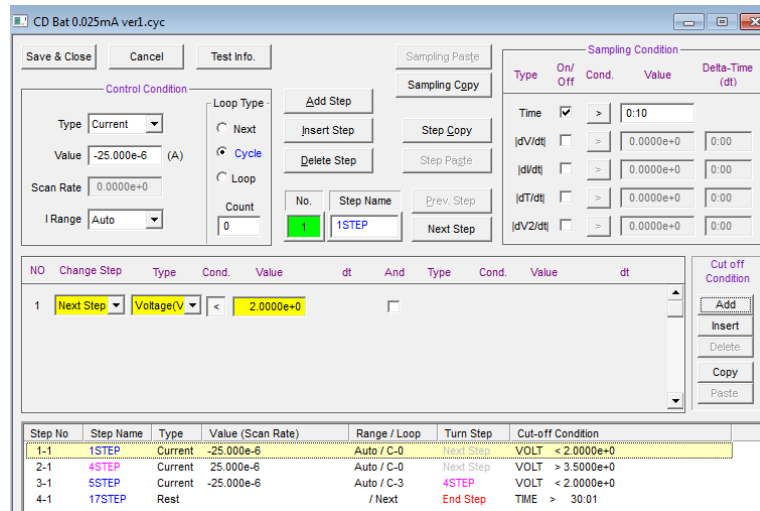


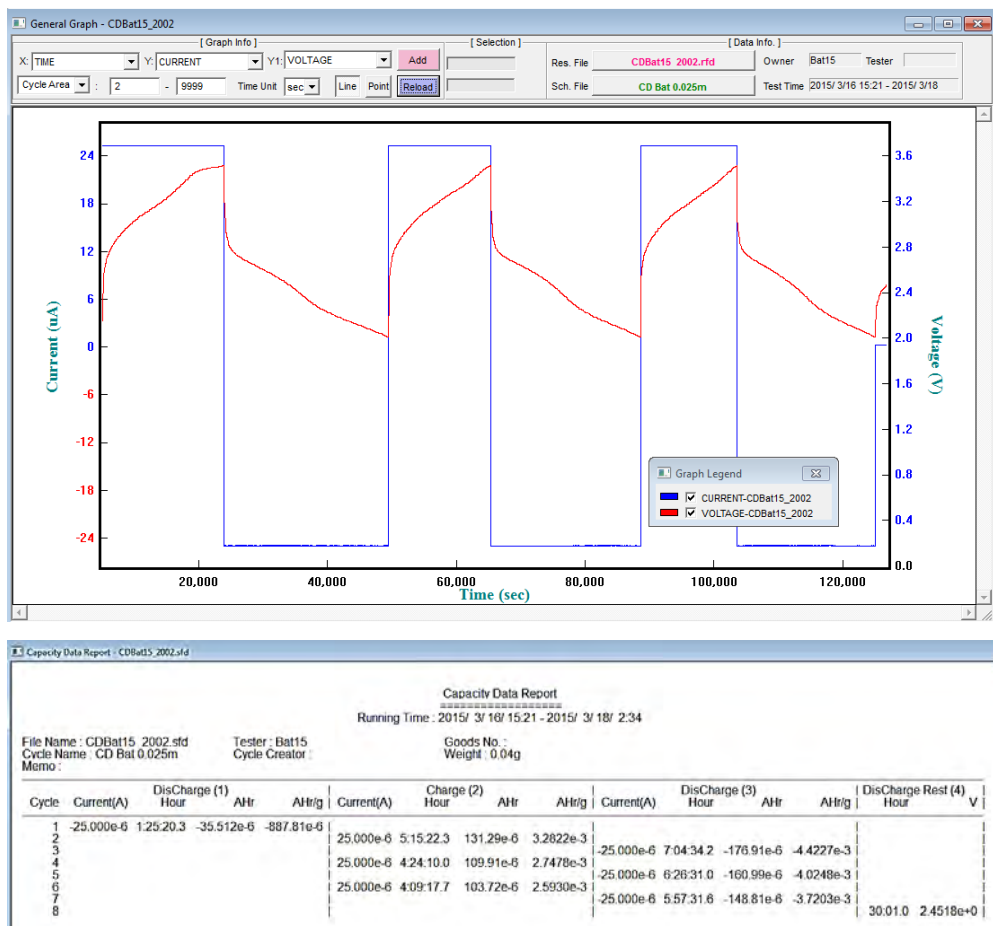
## LAMPIRAN D

### Hasil Pengujian Performa Baterai Material LFP/C

#### 1. Charge-Discharge

##### Baterai #15 (LFP/C-400)





## Baterai #9 (LFP/C-500)

CD Batt 25mikro.cyc

Save & Close, Cancel, Test Info, Sampling Paste, Sampling Copy

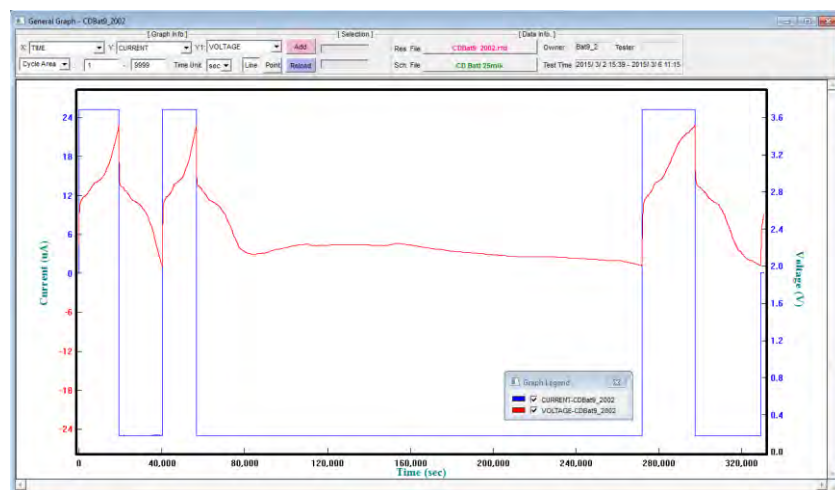
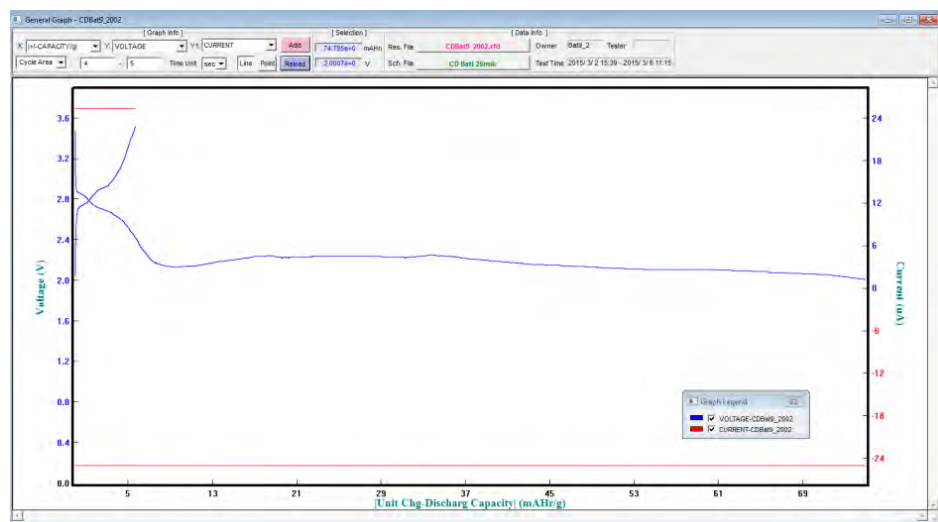
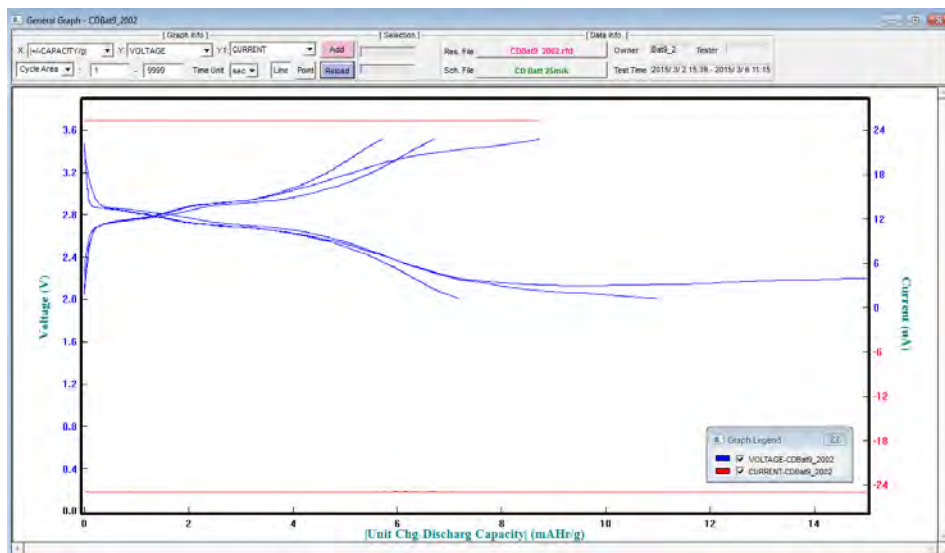
Control Condition: Type: Rest, Value: 3.5700e+0, Scan Rate: 0.0000e+0, I Range: Auto, Loop Type: Next, Count: 0

Sampling Condition: Type, On/Off, Cond., Value, Delta-Time (dt)

NO	Change Step	Type	Cond.	Value	dt	And	Type	Cond.	Value	dt
1	Next Step	Time(s)	>	0:10						

Cut off Condition: Add, Insert, Delete, Copy, Paste

Step No	Step Name	Type	Value (Scan Rate)	Range / Loop	Turn Step	Cut-off Condition
1-1	1STEP	Rest		/ Next	Next Step	TIME > 0:10
2-1	2STEP	CNDV	2.2000e+0	Auto / C-0	Next Step	TIME > 1:10
3-1	6STEP	Current	25.000e-6	Auto / C-0	Next Step	VOLT > 3.5000e+0
4-1	7STEP	Current	-25.000e-6	Auto / C-3	6STEP	VOLT < 2.0000e+0
5-1	17STEP	Rest		/ Next	End Step	TIME > 30:01



Capacity Data Report - CDBat9\_2002.sfd

Capacity Data Report

Running Time : 2015/ 3/ 2/ 15:39 - 2015/ 3/ 6/ 11:15

File Name : CDBat9\_2002.sfd

Cycle Name : CD Batt 25mik

Memo :

Tester : Bat9\_2

Cycle Creator :

Goods No. :

Weight : 0.02g

Cycle	DisCharge Rest (1) Hour	V	Charge Rest (2) Hour	V	Current(A)	Charge (3) Hour	AHr	AHr/g	Current(A)	DisCharge (4) Hour	AHr	AHr/g
1	10.0	2.2819e+0										
2					25.000e-6	5:22:47.1	134.31e-6	6.7153e-3				
3					25.000e-6	4:34:59.2	114.39e-6	5.7197e-3	-25.000e-6	5:45:51.1	-143.93e-6	-7.1966e-3
4					25.000e-6	4:34:59.2	114.39e-6	5.7197e-3	-25.000e-6	5:45:51.1	-143.93e-6	-7.1966e-3
5					25.000e-6	4:34:59.2	114.39e-6	5.7197e-3	-25.000e-6	5:45:51.1	-143.93e-6	-7.1966e-3
6					25.000e-6	4:34:59.2	114.39e-6	5.7197e-3	-25.000e-6	5:45:51.1	-143.93e-6	-7.1966e-3
7					25.000e-6	4:34:59.2	114.39e-6	5.7197e-3	-25.000e-6	5:45:51.1	-143.93e-6	-7.1966e-3
8					25.000e-6	4:34:59.2	114.39e-6	5.7197e-3	-25.000e-6	5:45:51.1	-143.93e-6	-7.1966e-3

## Baterai #14 (LFP/C-600)

CD Batt 25to50 mikro.cyc

Save & Close Cancel Test info Sampling Paste Sampling Copy

Control Condition

Type Rest Value 3.5700e+0 Scan Rate 0.0000e+0 I Range Auto

Loop Type

Next Cycle Loop Count 0

Add Step Insert Step Delete Step Step Copy Step Page Prev. Step Next Step

Sampling Condition

Type	On/Off	Cond.	Value	Delta-Time (dt)
Time	<input checked="" type="checkbox"/>	>	0.10	
dV/dt	<input type="checkbox"/>	>	0.0000e+0	0.00
dV/dt	<input type="checkbox"/>	>	0.0000e+0	0.00
dT/dt	<input type="checkbox"/>	>	0.0000e+0	0.00
dV2/dt	<input type="checkbox"/>	>	0.0000e+0	0.00

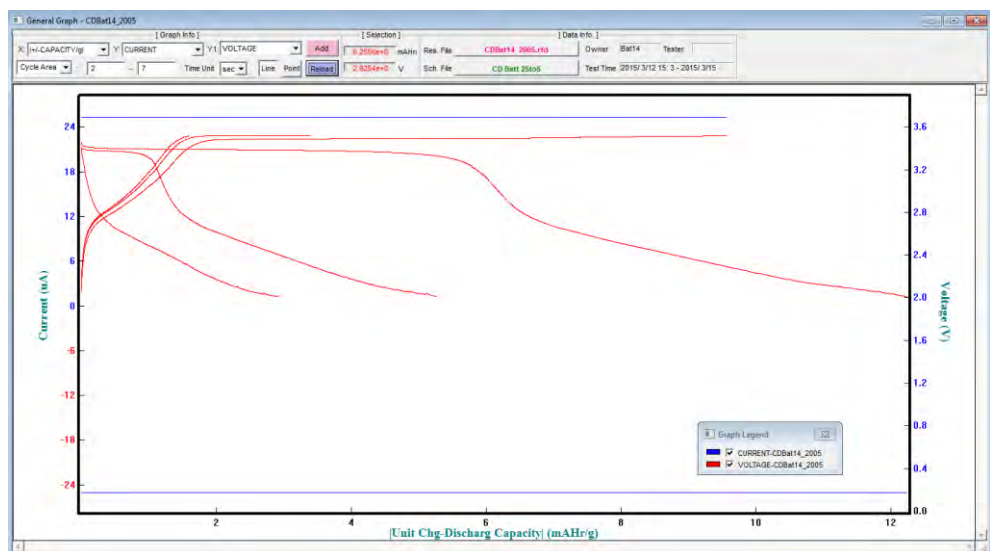
NO Change Step Type Cond. Value dt And Type Cond. Value dt

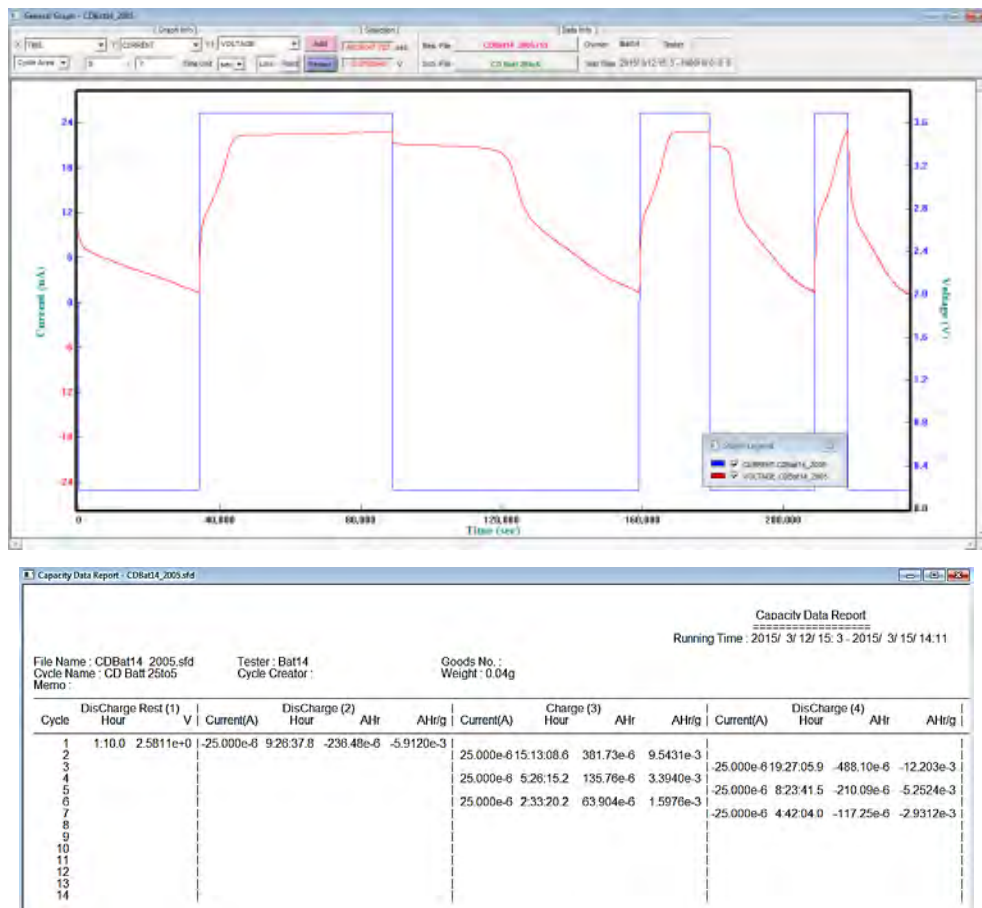
1	Next Step	Time(s)	>	1:10					
---	-----------	---------	---	------	--	--	--	--	--

Cut off Condition

Add Insert Delete Copy Paste

Step No	Step Name	Type	Value (Scan Rate)	Range / Loop	Turn Step	Cut-off Condition
1-1	1STEP	Rest		/ Next	Next Step	TIME > 1:10
2-1	3aSTEP	Current	-25.000e-6	Auto / C-0	Next Step	VOLT < 2.0000e+0
3-1	3aSTEP	Current	25.000e-6	Auto / C-0	Next Step	VOLT > 3.5000e+0
4-1	3aSTEP	Current	-25.000e-6	Auto / C-3	3aSTEP	VOLT < 2.0000e+0
5-1	6STEP	Current	50.000e-6	Auto / C-0	Next Step	VOLT > 3.5000e+0
6-1	7STEP	Current	-50.000e-6	Auto / C-3	6STEP	VOLT < 2.0000e+0
7-1	17STEP	Rest		/ Next	End Step	TIME > 30:01





## Baterai #20 (LFP/C-700)

CD Bat 0.025mA ver2.cyc

Save & Close    Cancel    Test Info.    Sampling Paste    Sampling Copy

**Control Condition**

Type: Rest    Loop Type: Next    Add Step    Insert Step    Delete Step    Step Copy    Step Paste    Prev. Step    Next Step

Value: 0.0000e+0    Scan Rate: 0.0000e+0    I Range: Auto    Count: 0

**Sampling Condition**

Type	On/Off	Cond.	Value	Delta-Time (dt)
Time	<input checked="" type="checkbox"/>	>	0:10	
dV/dt	<input type="checkbox"/>	>	0.0000e+0	0:00
dI/dt	<input type="checkbox"/>	>	0.0000e+0	0:00
dT/dt	<input type="checkbox"/>	>	0.0000e+0	0:00
dV2/dt	<input type="checkbox"/>	>	0.0000e+0	0:00

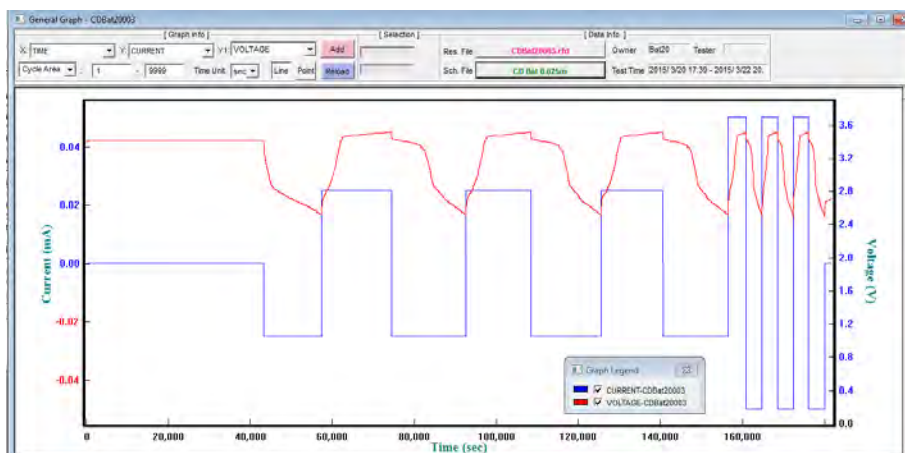
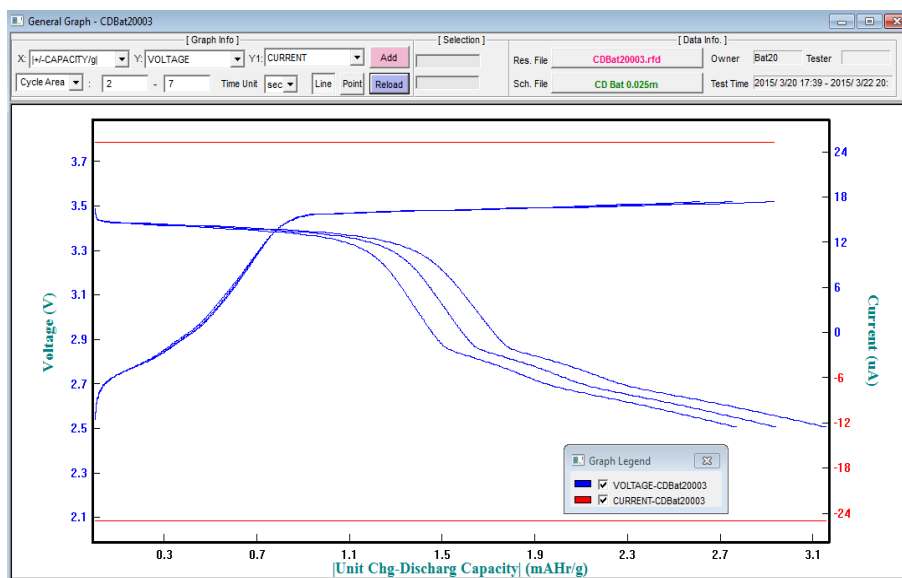
**NO    Change Step    Type    Cond.    Value    dt    And    Type    Cond.    Value    dt**

1	Next Step	Time(s)	>	12:00:01							
---	-----------	---------	---	----------	--	--	--	--	--	--	--

**Cut off Condition**

Add    Insert    Delete    Copy    Paste

Step No	Step Name	Type	Value (Scan Rate)	Range / Loop	Turn Step	Cut-off Condition
1-1	1aSTEP	Rest		/ Next	Next Step	TIME > 12:00:01
2-1	1STEP	Current	-25.000e-6	Auto / C-0	Next Step	VOLT < 2.5000e+0
3-1	4STEP	Current	25.000e-6	Auto / C-0	Next Step	VOLT > 3.5000e+0
4-1	5STEP	Current	-25.000e-6	Auto / C-3	4STEP	VOLT < 2.5000e+0
5-1	5aSTEP	Current	50.000e-6	Auto / C-0	Next Step	VOLT > 3.5000e+0
6-1	5aSTEP	Current	-50.000e-6	Auto / C-3	5bSTEP	VOLT < 2.5000e+0
7-1	17STEP	Rest		/ Next	End Step	TIME > 30:01



Capacity Data Report - CDBat20003.rfd

Capacity Data Report

Running Time : 2015/ 3/ 20/ 17:39 - 2015/ 3/ 22/ 20: 2

File Name : CDBat20003.rfd Tester : Bat20 Goods No. :  
Cycle Name : CD Bat 0.025m Cycle Creator : Weight : 0.04g  
Memo :

Cycle	DisCharge Rest (1) Hour	V	Current(A)	DisCharge (2) Hour	AHr	AHr/g	Current(A)	Charge (3) Hour	AHr	AHr/g	Current(A)	DisCharge (4) Hour	AHr	AHr/g
1	12:00:01.0	3.3984e+0	-25.000e-6	3:58:34.0	-98.408e-6	-2.4602e-3	25.000e-6	4:41:27.7	117.04e-6	2.9261e-3	-25.000e-6	5:02:55.0	-125.95e-6	-3.1488e-3
2							25.000e-6	4:24:10.2	109.88e-6	2.7466e-3	-25.000e-6	4:42:25.3	-117.43e-6	-2.9357e-3
3							25.000e-6	4:10:22.0	104.14e-6	2.6035e-3	-25.000e-6	4:25:49.8	-110.55e-6	-2.7637e-3
4														
5														
6														
7														
8														
9														
10														
11														
12														
13														
14														

## 2. Cyclic Voltametri

### Baterai #15 (LFP/C-400)

CV scanrates 50 to 200 mikroV per second ver2.cyc

Save & Close Cancel Test Info

Control Condition

Type: VSCAN Value: 2.6550e+0 (V) Scan Rate: 50.000e-3 (mV/s) I Range: Auto

Loop Type: ☒ Next ☐ Cycle ☐ Loop Count: 0

Add Step Insert Step Delete Step

No. 1 Step Name 2STEP

Sampling Paste Sampling Copy

Step Copy Step Paste Prev. Step Next Step

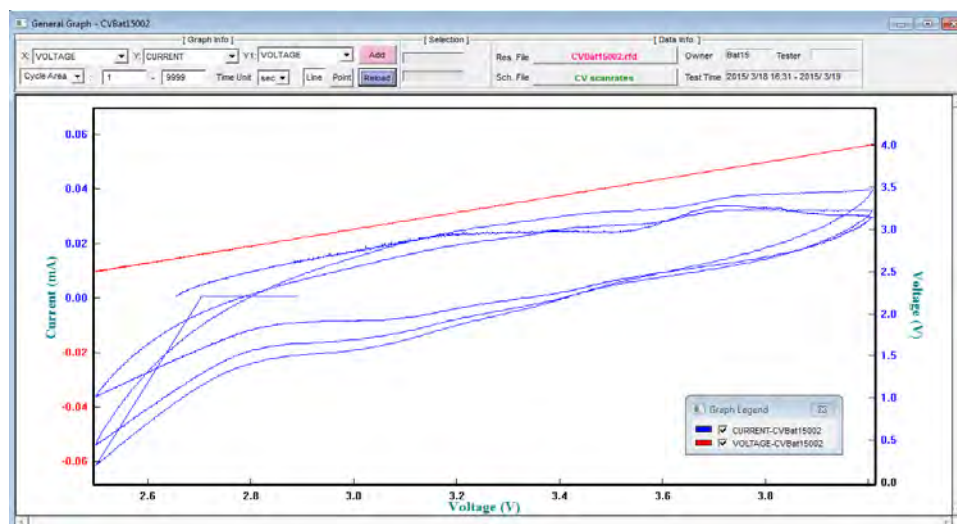
Sampling Condition

Type	On/Off	Cond.	Value	Delta-Time (dt)
Time	<input checked="" type="checkbox"/>	>	0:10	
IdV/dt	<input type="checkbox"/>	>	0.0000e+0	0:00
Id/dt	<input type="checkbox"/>	>	0.0000e+0	0:00
IdT/dt	<input type="checkbox"/>	>	0.0000e+0	0:00
IdV2/dt	<input type="checkbox"/>	>	0.0000e+0	0:00

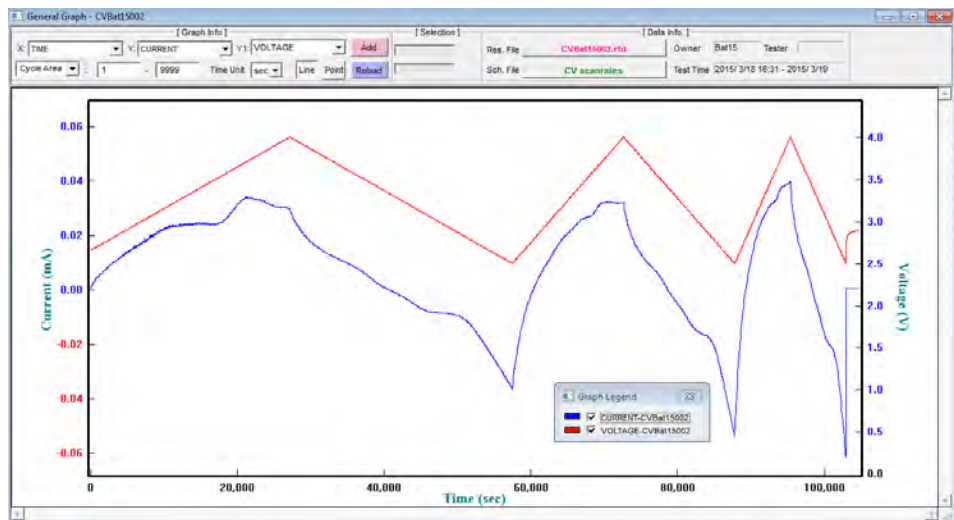
NO	Change Step	Type	Cond.	Value	dt	And	Type	Cond.	Value	dt	Cut off Condition
1	Next Step	Voltage(V)	>	4.0000e+0							

Add Insert Delete Copy Paste

Step No	Step Name	Type	Value (Scan Rate)	Range / Loop	Turn Step	Cut-off Condition
1-1	2STEP	VSCAN	2.6550e+0 (-50.000e-3)	Auto / Next	Next Step	VOLT > 4.0000e+0
2-1	3aSTEP	VSCAN	4.0000e+0 (-50.000e-3)	Auto / C-0	Next Step	VOLT < 2.5000e+0
3-1	3STEP	VSCAN	2.5000e+0 (-100.000e-3)	Auto / Next	Next Step	VOLT > 4.0000e+0
4-1	9STEP	VSCAN	4.0000e+0 (-100.000e-3)	Auto / C-0	Next Step	VOLT < 2.5000e+0
5-1	10STEP	VSCAN	2.5000e+0 (-200.000e-3)	Auto / Next	Next Step	VOLT > 4.0000e+0
6-1	11STEP	VSCAN	4.0000e+0 (-200.000e-3)	Auto / C-0	Next Step	VOLT < 2.5000e+0
7-1	17STEP	Rest		/ Next	End Step	TIME > 30:01







Capacity Data Report - CVBat15002.dfd

Capacity Data Report

Running Time: 2015/ 3/ 18/ 16:31 - 2015/ 3/ 19/ 21:31

File Name: CVBat15002.dfd

Tester: Bat15

Goods No.:

Cycle Name: CV scanrates

Cycle Creator:

Weight: 0.04g

Memo:

Cycle	VSCAN	Charge (1) Hour	AHr	AHr/g	VSCAN	DisCharge (2) Hour	AHr	AHr/g	VSCAN	Charge (3) Hour	AHr	AHr/g	VSCAN	DisCharge (4) Hour	AHr	AHr/g	VSCAN
1	2.6550e+0	7.3128.1	164.57e-6	4.1143e-3	4.0000e+0	8.2313.4	-60.283e-6	-1.5071e-3	2.5000e+0	4.1146.1	73.442e-6	1.8360e-3	4.0000e+0	4.1133.5	-48.560e-6	-1.2140e-3	2.5000e+0
2																	
3																	
4																	2.05

Capacity Data Report  
Running Time: 2015/ 3/ 18/ 16:31 - 2015/ 3/ 19/ 21:31

g	VSCAN	Charge (3) Hour	AHr	AHr/g	VSCAN	DisCharge (4) Hour	AHr	AHr/g	VSCAN	Charge (5) Hour	AHr	AHr/g	VSCAN	DisCharge (6) Hour	AHr	AHr/g	DisCharge Rest (7) Hour	V
3	2.5000e+0	4.1146.1	73.442e-6	1.8360e-3	4.0000e+0	4.1133.5	-48.560e-6	-1.2140e-3	2.5000e+0	2.0552.9	44.309e-6	1.1092e-3	4.0000e+0	2.0547.6	-28.870e-6	-721.74e-6	30.01.0	2.8912e+0

## Baterai #9 (LFP/C 500)

CV scanrates 100mikr per second.cyc

Save & Close Cancel Test Info Sampling Paste Sampling Copy

Control Condition

Type: Rest Value: 3.5700e+0 Scan Rate: 0.0000e+0 I Range: Auto

Loop Type: Next Cycle Loop Count: 0

Add Step Insert Step Delete Step Step Copy Step Paste

No. Step Name Prev. Step Next Step

1 1STEP

Sampling Condition

Type	On/Off	Cond.	Value	Delta-Time (dt)
Time	<input checked="" type="checkbox"/>	>	0:10	
dV/dt	<input type="checkbox"/>	>	0.0000e+0	0:00
dV/dt	<input type="checkbox"/>	>	0.0000e+0	0:00
dV/dt	<input type="checkbox"/>	>	0.0000e+0	0:00
dV2/dt	<input type="checkbox"/>	>	0.0000e+0	0:00

NO Change Step Type Cond. Value dt And Type Cond. Value dt

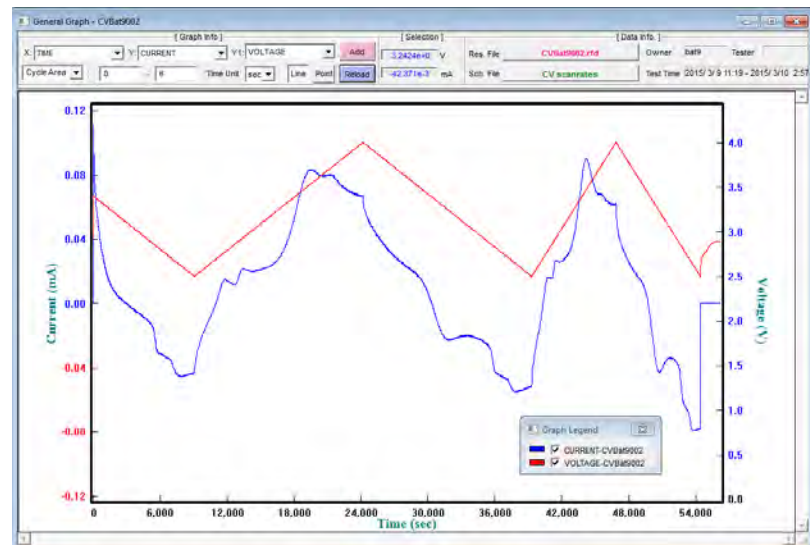
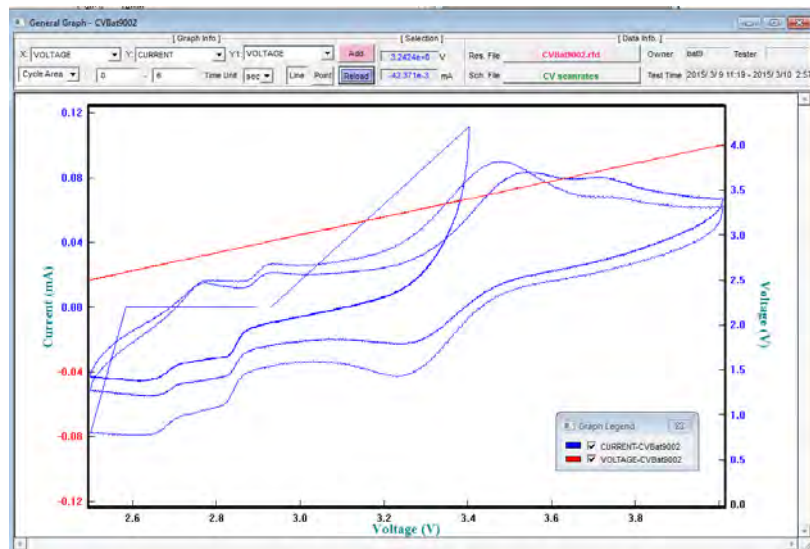
1	Next Step	Time(s)	>	0:10					
---	-----------	---------	---	------	--	--	--	--	--

Cut off Condition

Add Insert Delete Copy Paste

Step No	Step Name	Type	Value (Scan Rate)	Range / Loop	Turn Step	Cut-off Condition
1-1	1STEP	Rest	3.4000e+0	Auto / Next	Next Step	TIME > 0:10
2-1	2STEP	CNDV	3.4000e+0	Auto / C-0	Next Step	TIME > 1:00
3-1	3STEP	VSCAN	2.5000e+0 (-100.00e-3)	Auto / Next	Next Step	VOLT < 2.5000e+0
4-1	4STEP	VSCAN	4.0000e+0 (-100.00e-3)	Auto / Next	Next Step	VOLT > 4.0000e+0
5-1	5STEP	VSCAN	2.5000e+0 (-100.00e-3)	Auto / C-0	Next Step	VOLT < 2.5000e+0
6-1	6STEP	VSCAN	2.5000e+0 (-200.00e-3)	Auto / Next	Next Step	VOLT > 4.0000e+0
7-1	7STEP	VSCAN	4.0000e+0 (-200.00e-3)	Auto / C-0	Next Step	VOLT < 2.5000e+0
8-1	8STEP	Rest	3.4000e+0 (-200.00e-3)	Auto / Next	End Step	TIME > 30:00





Capacity Data Report - CVBat9002.sfd

Capacity Data Report

Running Time : 2015/ 3/ 9/ 11:19 - 2015/ 3/ 10/ 2:57

File Name : CVBat9002.sfd

Cycle Name : CV scanrates

Memo :

Tester : bat9

Cycle Creator :

Goods No.

Weight : 0.04g

Cycle	Total(Ah)	DisCharge Rest (1) Hour	V	Charge Rest (2) Hour	V	VSCAN	DisCharge (3) Hour	Ah	Ah/g	VSCAN	Charge (4) Hour	Ah	Ah/g	VSCAN	DisCharge (5) Hour	Ah	Ah/g	
1	0.0000e+0	10.0	2.9305e+0				3.4000e+0	2.30.55.3	-43.369e-6	-1.0842e-3	2.5000e+0	4.11.44.7	169.50e-6	4.2375e-3	4.0000e+0	4.11.35.3	-78.960e-6	-1.9740e-3
2	122.33e-6																	
3	61.447e-6																	
4	0.0000e+0																	

Capacity Data Report - CVBat9002.sfd

Capacity Data Report

Running Time : 2015/ 3/ 9/ 11:19 - 2015/ 3/ 10/ 2:57

ge (3)	Ahr	Ahr/g	VSCAN	Charge (4) Hour	Ahr	Ahr/g	VSCAN	DisCharge (5) Hour	Ahr	Ahr/g	VSCAN	Charge (6) Hour	Ahr	Ahr/g	VSCAN	DisCharge (7) Hour	Ahr	Ahr/g	
43.369e-6	-1.0842e-3		2.5000e+0	4.11:44.7	169.50e-6	4.2375e-3	4.0000e+0	4.11:35.3	-78.960e-6	-1.9740e-3		2.5000e+0	2.05:52.3	90.519e-6	2.2630e-3	4.0000e+0	2.05:47.6	-81.447e-6	-1.5362e-3

## Baterai #14 (LFP/C-600)

CV scanrates 100mikr per second.cyc

Save & Close Cancel Test Info

Control Condition

Type Rest Value 3.5700e+0 Scan Rate 0.0000e+0 I Range Auto

Loop Type

Next Cycle Loop

Add Step Insert Step Delete Step

No. 1 Step Name 1STEP

Sampling Paste Sampling Copy

Step Copy Step Paste

Prev. Step Next Step

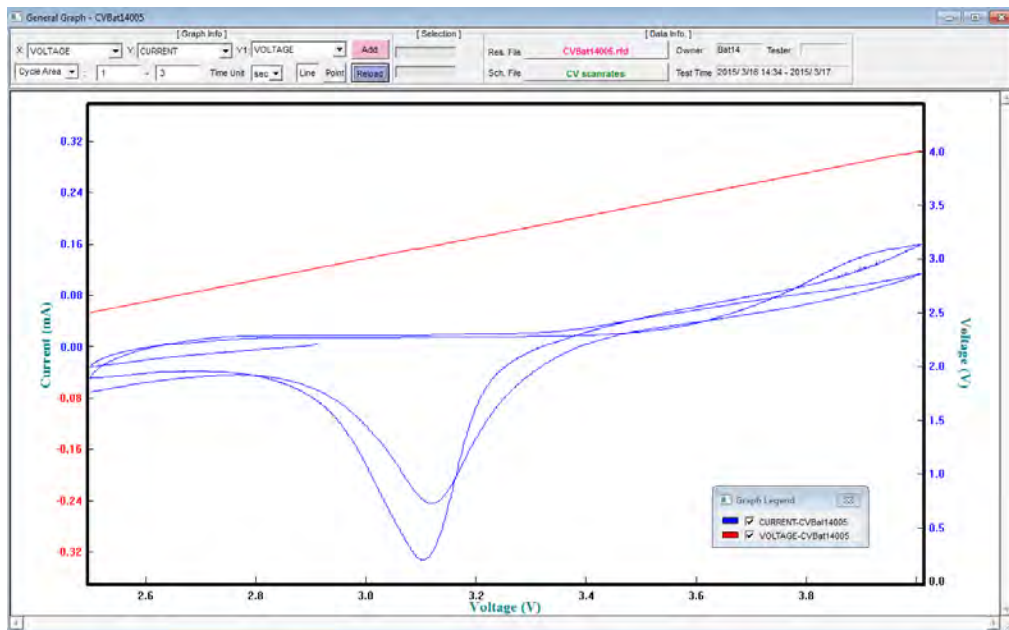
Sampling Condition

Type	On/Off	Cond.	Value	Delta-Time (dt)
Time	<input checked="" type="checkbox"/>	>	0:10	
dV/dt	<input type="checkbox"/>	>	0.0000e+0	0:00
dI/dt	<input type="checkbox"/>	>	0.0000e+0	0:00
dT/dt	<input type="checkbox"/>	>	0.0000e+0	0:00
dV2/dt	<input type="checkbox"/>	>	0.0000e+0	0:00

NO	Change Step	Type	Cond.	Value	dt	And	Type	Cond.	Value	dt	Cut off Condition
1	Next Step	Time(s)	>	0:10							

Add Insert Delete Copy Paste

Step No	Step Name	Type	Value (Scan Rate)	Range / Loop	Turn Step	Cut-off Condition
1-1	1STEP	Rest		/ Next	Next Step	TIME > 0:10
2-1	2STEP	CNDV	2.9000e+0	Auto / C-0	Next Step	TIME > 1:00
3-1	3STEP	VSCAN	2.9000e+0 (-100.00e-3)	Auto / Next	Next Step	VOLT < 2.5000e+0
4-1	8STEP	VSCAN	2.5000e+0 (-100.00e-3)	Auto / Next	Next Step	VOLT > 4.0000e+0
5-1	9STEP	VSCAN	4.0000e+0 (-100.00e-3)	Auto / C-0	Next Step	VOLT < 2.5000e+0
6-1	10STEP	VSCAN	2.5000e+0 (-200.00e-3)	Auto / Next	Next Step	VOLT > 4.0000e+0
7-1	11STEP	VSCAN	4.0000e+0 (-200.00e-3)	Auto / C-0	Next Step	VOLT < 2.5000e+0
8-1	17STEP	Rest		/ Next	End Step	TIME > 30:01



## Baterai #20 (LFP/C-700)

CV scanrates 50 to 200 mikroV per second ver1.cyc

Save & Close Cancel Test Info

Control Condition

Type: Rest Value: 3.5700e+0 Scan Rate: 0.0000e+0 I Range: Auto

Loop Type: ☒ Next ☐ Cycle ☐ Loop Count: 0

Add Step Insert Step Delete Step

No. Step Name

1STEP

Sampling Paste Sampling Copy

Step Copy Step Paste Prev. Step Next Step

Sampling Condition

Type	On/Off	Cond.	Value	Delta-Time (dt)
Time	<input checked="" type="checkbox"/>	>	0:10	
dV/dt	<input type="checkbox"/>	>	0.0000e+0	0:00
dI/dt	<input type="checkbox"/>	>	0.0000e+0	0:00
dT/dt	<input type="checkbox"/>	>	0.0000e+0	0:00
dV2/dt	<input type="checkbox"/>	>	0.0000e+0	0:00

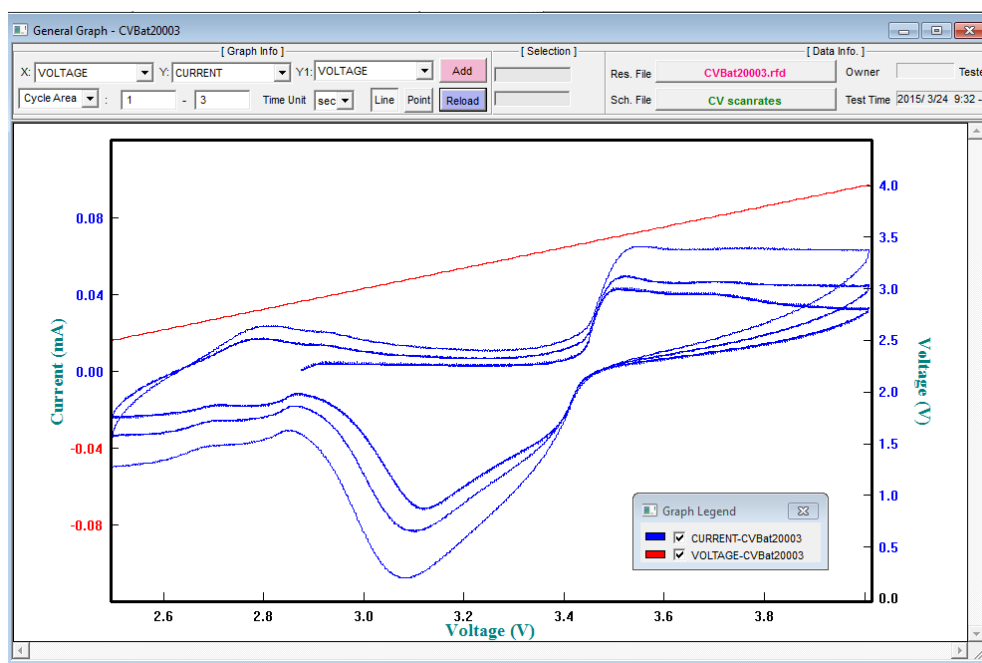
NO Change Step Type Cond. Value dt And Type Cond. Value dt

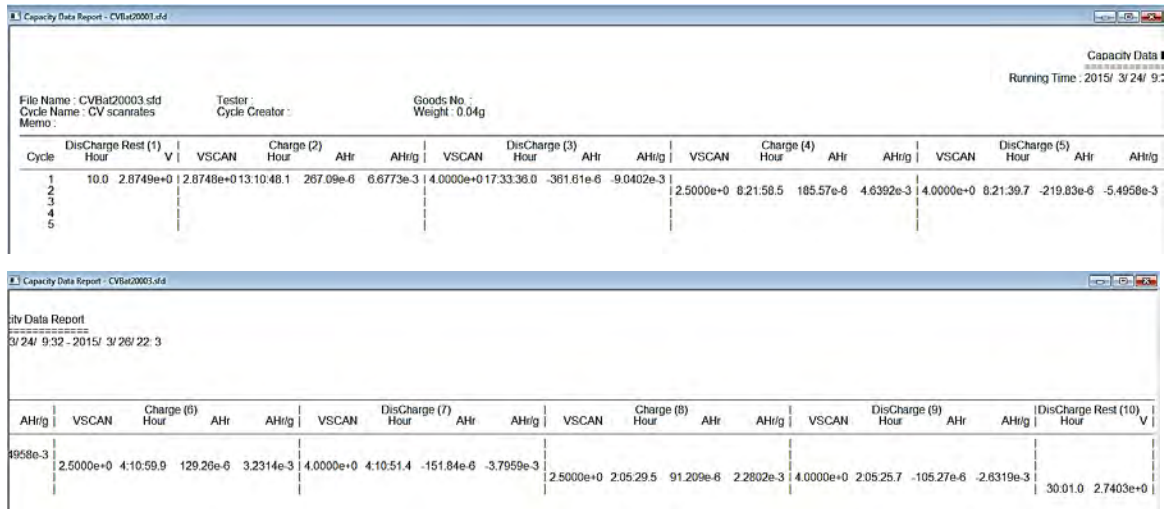
1 Next Step Time(s) > 0:10

Cut off Condition

Add Insert Delete Copy Paste

Step No	Step Name	Type	Value (Scan Rate)	Range / Loop	Turn Step	Cut-off Condition
1-1	1STEP	Rest		/ Next	Next Step	TIME > 0:10
2-1	2STEP	VSCAN	2.8748e+0 (25.000e-3)	Auto / Next	Next Step	VOLT > 4.0000e+0
3-1	3cSTEP	VSCAN	4.0000e+0 (-25.000e-3)	Auto / C-0	Next Step	VOLT < 2.5000e+0
4-1	3bSTEP	VSCAN	2.5000e+0 (50.000e-3)	Auto / Next	Next Step	VOLT > 4.0000e+0
5-1	3aSTEP	VSCAN	4.0000e+0 (-50.000e-3)	Auto / C-0	Next Step	VOLT < 2.5000e+0
6-1	3STEP	VSCAN	2.5000e+0 (100.00e-3)	Auto / Next	Next Step	VOLT > 4.0000e+0
7-1	9STEP	VSCAN	4.0000e+0 (-100.00e-3)	Auto / C-0	Next Step	VOLT < 2.5000e+0
8-1	10STEP	VSCAN	2.5000e+0 (200.00e-3)	Auto / Next	Next Step	VOLT > 4.0000e+0





*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

## BIOGRAFI PENULIS



Metatia Intan Mauliana, lahir di Sidoarjo pada tanggal 15 Februari 1990, merupakan anak pertama dari dua bersaudara pasangan Bapak Djoemarto dan Ibu Hermawati. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Darma Wanita, SDN Siring 1, SMPN 2 Porong, SMAN 1 Porong, S1 Pendidikan Fisika UM angkatan 2008 dan mengambil S2 Fisika ITS pada 2013 melalui program beasiswa BPP-

DN yang diadakan oleh Dikti. Di Jurusan Fisika ITS, penulis mengambil bidang minat fisika material. Selama menjadi mahasiswa S2 Fisika ITS, penulis mengikuti publikasi artikel ilmiah dalam seminar *International Conference On Research, Implementation And Education Of Mathematics And Sciences (ICRIEMS)* di Yogyakarta dan aktif mengikuti kegiatan yang diselenggarakan oleh jurusan. Akhir kata apabila ada kritik dan saran sehubungan dengan tesis, dapat dikirimkan ke: metatialiana@gmail.com.